



UNIVERSITE D'ORLEANS

THÈSE
PRÉSENTÉE
À L'UNIVERSITÉ D'ORLÉANS
POUR OBTENIR LE GRADE DE
DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ D'ORLÉANS

Ecole doctorale : Sciences et Technologies
Discipline : Sciences de la Terre et de l'Atmosphère
Spécialité : Sciences du Sol

par

VOLLAND-TUDURI Nathalie

**Nature et mode d'assemblage des constituants
minéraux et organiques dans des Ferralsols de la
région des Cerrados (Brésil)
Evolution après mise en culture**

Soutenue le 23 mars 2005 devant le jury composé de :

M. Ary BRUAND	Professeur, Université d'Orléans	Directeur de thèse
M. François LIEUTIER	Professeur, Université d'Orléans	Président
M. Francis ANDREUX	Professeur, Université de Dijon	Rapporteur
M. Michel GRIMALDI	Directeur de Recherche, IRD, Bondy	Rapporteur
M. Michel BROSSARD	Chargé de Recherche, IRD, Montpellier	Examineur
M. Jean-Robert DISNAR	Directeur de Recherche, CNRS, Orléans	Examineur

Avant propos

Le travail présenté dans ce mémoire a été réalisé à l'Université d'Orléans au sein de l'UMR 6113 "Institut des Sciences de la Terre d'Orléans". Il a bénéficié d'importantes collaborations avec l'EMBRAPA-Cerrados (Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária – Centro de Pesquisa Agropecuária dos Cerrados) et l'IRD (Institut de Recherche pour le Développement Languedoc-Rousillon).

Je tiens à remercier en tout premier lieu Ary Bruand pour m'avoir fait confiance avec ma formation en géologie "profonde". Durant ces trois années il a su m'encadrer et me conseiller dans l'organisation de la thèse et dans mes réflexions.

Je remercie Michel Brossard pour m'avoir fait découvrir le travail de terrain, pour ses bons conseils et pour son hospitalité lors des deux mois de mission au Brésil (je n'oublie pas Christine, Manuel, Denis et Cannelle).

Jean-Robert Disnar, alias "Monsieur matière organique", tient une grande place dans mes remerciements. Il a su rester patient avec moi et ses conseils m'ont été très précieux surtout en géochimie organique.

J'exprime toute ma reconnaissance à Messieurs Michel Grimaldi et Francis Andreux pour avoir accepté d'être rapporteurs et pour leurs critiques constructives. Je remercie également François Lieutier qui m'a fait l'honneur de juger ce travail.

Je voudrais remercier Patrick Albéric, Fabrice Muller, Fatima Laggoun-Desfarge et Odile Duval qui m'ont aidé dans mes recherches et qui m'ont consacré un peu de leur temps.

Les études de terrain au Brésil ont nécessité l'aide de nombreuses personnes que je remercie, en particulier Didier Brunet pour les données climatiques, Danielle Mitja pour la botanique, Thierry Becquer ainsi que toute sa famille qui m'a accueilli avec bonne humeur dans le cercle familial, Éder de Souza Martins pour la géologie, et je n'oublie pas Maria Inês Lopes de Oliveira pour sa gentillesse et Junior pour ses chansons.

Les études morphologiques faisant appel à différentes méthodes d'observation n'ont pu être possibles qu'avec le concours de Christian Clinard (CRMD, Orléans, MET), Henri Garreau (CRBA, Faculté de Pharmacie de Montpellier, MEBE), Annie Richard (CME, Université d'Orléans, Cryo-MEB), et l'INRA d'Orléans (MEB).

Je tiens à remercier tous les ingénieurs et techniciens sans qui rien n'aurait été possible : Christian Le Lay, Gilles Drouet, Dominique Panis, Marielle Hatton, Didier Keravis, Nathalie Lottier, Patrick Baillif et Rachel Boscardin.

Je n'oublie pas ceux qui m'ont précédé et qui vont me succéder dans cette étude notamment Luiz Carlos Balbino et Adriana Reatto.

Je poursuivrais par la longue liste de toutes les personnes dont la simple présence a contribué à rendre plus agréables ces quatre années. En tout premier lieu je remercierais le "club thé" qui compte chaque mois de plus en plus d'adhérents et qui a apporté un peu plus de chaleur dans le labo. Je remercie plus particulièrement Marielle (présidente du club) qui motive ses troupes par sa bonne humeur quotidienne, Ouin-Ouin (animateur du club) pour sa trop grande gentillesse, Laure dont les "exclamations" vont me manquer, Salsicha (ou Samy en français), Yoco, les Nathalies et les étudiants de passage. Je n'oublie pas les "gens du haut", Caliméro, Dudu (ou le Chevalier blanc), Eric et Céline, Patelle et son rocher, Fet, Aurore, Priscille, Bo et Sheng, Eugène, Stéphane, Mathieu,...ceux qui sont "loin", Carine, Alain, Jean-Yves...et tous les autres. Je tiens à les remercier pour la bonne ambiance qu'ils ont apporté au labo et en dehors, pour les parties de cartes et les "après-pots" mémorables...je leur souhaite bon courage pour la suite. Je leur promets d'essayer d'apprendre à freiner en rollers et de me remettre au dessin...

Je terminerais ces remerciements par ma famille qui a été un bon soutien moral durant ces longues années d'études, mes amis Sabrina, Vincent, Hubert, Séverine et Elisabeth qui m'ont offert conseils et réconforts, et enfin "MONSIEUR" sans qui je ne serais jamais arrivée jusque là...

Table des Matières

Introduction	1
 <u>Chapitre I</u> - Cadre général et problématique de l'étude	5
I- Introduction.....	7
II- Présentation de la région des Cerrados	7
1- Une géologie où prédominent les formations protérozoïques	8
3- Le Cerrado : un couvert végétal hétérogène.....	10
4- Une couverture pédologique où les ferralsols dominant	12
5- Une macrofaune du sol peu étudiée.....	15
III- Problématique et Objectifs de l'étude.....	16
 <u>Chapitre II</u> - Présentation du site d'étude et caractères morphologiques des Ferralsols échantillonnés	19
I- Introduction	21
II- Caractéristiques du site	21
1- Géologie	21
2- Climat.....	22
3- Végétation	22
4- Faune	24
III- Les Ferralsols étudiés	25
1- Le profil de Ferralsol localisé en haut de pente sous Cerradão (CER 1).....	27
2- Le profil de Ferralsol localisé en milieu de pente sous Cerradão (CER 2).....	30
3- Le profil de Ferralsol localisé vers le bas de la pente sous Pâturage (PAT 1).....	32
4- Le profil de Ferralsol localisé en haut de pente sous Pâturage (PAT 2).....	34
5- Le profil de Ferralsol localisé vers le bas de la pente sous Pâturage (PAT 3).....	37
6- En résumé.....	38
IV- Conclusion.....	39

Chapitre III - Caractéristiques de la phase minérale 41

I- Introduction	43
II- Matériels et Méthodes.....	43
1- Analyse granulométrique	43
2- Capacité d'échange cationique (CEC)	44
3- Diffraction des rayons X.....	44
4- Microscopie électronique en transmission (MET).....	45
IV- Résultats discussion.....	46
1- Granulométrie	46
2- Composition chimique	47
3- Diffraction des rayons X.....	48
4- Microscopie électronique en transmission (MET).....	52
5- La capacité d'échange cationique	59
V- Conclusion	60

Chapitre IV - Nature des constituants organiques : apports de l'analyse

Rock-Eval 61

I- Introduction	63
II- Matériels analysés.....	65
III- Méthodes utilisées	66
1- Le Rock-Eval 6	66
2- Le Leco.....	70
3- Analyse des sucres et de la lignine	70
IV- Résultats et discussion.....	71
1- Matières organiques "fraîches" des intrants.....	71
2- Matières Organiques "héritées"	73
3- Matières organiques du sol (MOS)	78
V- Discussion Générale	84
1- Corrélation des données obtenues par des méthodes différentes : mesure du carbone organique d'un échantillon de sol.....	84
2- Essai d'interprétation des particularités des signaux de pyrolyse S2 des échantillons de Ferralsols	95
VI- Conclusion.....	98

Chapitre V - Structure et porosité : nature et mode d'assemblage des microagrégats	100
I- Introduction	102
1- Matériels et méthodes	103
2- Analyse macroscopique de la structure sur le terrain	104
3- Analyse microscopique du mode d'assemblage des microagrégats	107
4- Analyse microscopique des microagrégats élémentaires.....	117
5- Essai de typologie combinant type de microagrégats et leur mode d'assemblage	129
6- Conclusion.....	132
III- Stabilité des microagrégats lors de la dessiccation	133
Abstract.....	134
Résumé	134
Version abrégée	135
A- Introduction	135
B- Matériel et méthodes	135
C- Résultats et discussion.....	136
D- Conclusion.....	137
1- Introduction	138
2- Material and Methods	138
3- Results and discussion	140
4- Conclusion.....	144
IV- Microagrégation et porosité	146
1- Introduction	148
2- Materials and Methods.....	149
3- Results and discussion	152
4- Conclusions	161
VI- Conclusion.....	162
 CONCLUSIONS GÉNÉRALES	163
 Bibliographie	173
 ANNEXES	187
 Liste des figures.....	235
 Résumés.....	245

Introduction

Les propriétés des sols résultent de l'action de processus physiques et chimiques sur un matériau parental, leur résultante correspondant à ce que l'on nomme la pédogenèse. Ces processus étant étroitement dépendants du climat (pluviosité, température, ...) et de l'activité biologique (faune et flore), les propriétés des sols peuvent évoluer dès lors que l'un de ces facteurs varie. La question d'une éventuelle évolution des propriétés du sol se pose en particulier lorsqu'ils sont mis en culture pour la première fois. Dans ce contexte très large, les régions tropicales offrent des conditions favorables pour l'étude des transformations qui surviennent après une mise en culture. En effet, dans ces régions, de nombreuses zones n'ont été défrichées et cultivées que très récemment et des témoins de végétation naturelle sont encore présents. Il est alors possible d'analyser l'état du sol avant et après mise en culture et d'identifier la nature des évolutions qui se produisent dès les premières années. C'est le cas de la région des Cerrados, région du Brésil dans laquelle se déroule notre étude.

C'est seulement à partir de la première moitié du XX^{ème} siècle que l'expansion démographique et le développement industriel ont conduit à étendre l'activité agricole jusqu'aux Cerrados. La région n'était alors utilisée que pour une agriculture de subsistance et pour un élevage extensif de bovins (Spehar et Souza, 1996). La faible fertilité naturelle des sols a longtemps fait obstacle au développement agricole. Cependant, grâce à l'introduction de la fertilisation chimique, une agriculture plus intensive s'est ensuite installée dans la région. C'est ainsi qu'à partir des années 60, la culture du riz et l'établissement de pâturages artificiels se sont développés. Puis, des variétés cultivées tolérantes vis-à-vis de l'aluminium échangeable présent dans les sols et peu sensibles aux périodes de sécheresse, ont été importées (soja, maïs, haricot, blé, café, manioc,...etc ; Fageria et al., 1989). La surface cultivée de la région de Cerrados est alors passée de 10.10^6 ha en 1970 (Neufeldt et al., 2001) à 50.10^6 ha actuellement (Embrapa Cerrados¹). De même, l'amélioration des herbages, l'adaptation d'espèces fourragères et la sélection animale ont permis à la région de détenir 45 % du cheptel national de production de viande bovine.

La conversion des Cerrados à l'agriculture transformerait profondément la structure du sol, en particulier dans l'horizon de surface (Balbino et al., 2001). Le travail du sol aurait pour conséquences une dégradation de la microstructure et l'apparition d'une macrostructure caractérisée par le développement d'états massifs, en particulier à la base de l'horizon

¹ Site Web : <http://www.cpac.embrapa.br>

travaillé (semelle de labour). Une telle évolution a d'ailleurs été localement observée par Blancaneaux et al. (1993) pour des Ferralsols de la région des Cerrados dans lesquels le travail du sol a entraîné la disparition des microagrégats et le développement de structures sub-anguleuses de taille pluricentimétrique. Des techniques de travail minimum ou de non travail du sol ont été introduites afin de limiter l'évolution de la structure du sol vers des états plus compacts, voire même de restaurer des structures microagrégées. De telles pratiques devraient contribuer à préserver et à améliorer non seulement les caractéristiques physiques mais aussi les caractéristiques chimiques des sols (Spehar et Souza, 1996).

Cela étant, si la fertilité chimique des Ferralsols apparaît aujourd'hui être maîtrisée de façon satisfaisante, il en va très différemment pour la fertilité physique. Peu de références sont disponibles et les résultats sont apparemment contradictoires quant à l'effet de la mise en culture sur les propriétés physiques des Ferralsols (Balbino et al., 2002b).

Dans ce contexte, l'objectif général de cette étude est une meilleure connaissance des transformations induites par la mise en culture, dans un milieu où les propriétés chimiques et physiques des sols résultent d'un équilibre fragile (Spehar et Souza, 1996). Cet objectif sera précisé à l'issue de la présentation générale du cadre de l'étude qui suit.

Chapitre I - Cadre général et problématique de l'étude

I- Introduction

Notre objectif ici est de présenter les principales caractéristiques de la région des Cerrados, puis un bref historique du développement des activités agricoles et de la mise en culture des sols dans cette région, et enfin la problématique et les objectifs de notre étude.

II- Présentation de la région des Cerrados

Les savanes occupent un quart de la superficie du territoire brésilien et sont connues localement sous le nom de Cerrados. Elles s'étendent sur environ 2.10^6 km², à une altitude de 300 à 1600 m (Sano et Almeida, 1998) et se localisent principalement dans la région centre-ouest du Brésil (**Figure 1**).



Figure 1 : Etats et principaux biomes du Brésil (modifiée d'après Balbino, 2001).

1- Une géologie où prédominent les formations protérozoïques

L'orogénèse brésilienne (650-600 Ma), correspondant à la collision des plaques São Francisco-Congo à l'est et Amazone à l'ouest, conduit à la formation des chaînes de montagnes de la Province de Tocantins (**Figure 2a**) et des grands bassins sédimentaires de l'Amazone, du Parnaíba et du Paraná, à remplissage Paléozoïque (Trompette et al., 1981-1982 ; Trompette, 1994). La Province de Tocantins, dans le Brésil central, est une large zone orogénique située entre les cratons São Francisco à l'est et Amazone à l'ouest, et entre le bassin du Parnaíba au nord et le bassin du Paraná au sud (**Figure 2b**). Elle est composée par trois grandes ceintures : la ceinture de Araguaia, la ceinture du Paraguay, la ceinture de Brasília (**Figure 2b**). Cette dernière est elle même constituée par 3 domaines (D'el-Rey Silva et Barros Neto, 2002) : l'arc magmatique de Goiás à l'ouest (AM), la zone interne au centre (ZI), la zone externe à l'est (ZE) en contact avec la couverture sédimentaire non déformée d'âge Méso-Néoprotérozoïque du craton de São Francisco (Marini et al., 1984 ; Fuck et al., 1994). Le domaine externe est constitué, du nord au sud, par le socle d'âge Archéen-Paléozoïque à Méso-Néoprotérozoïque, métasédiments de faciès sub-schistes verts à amphibolite associés à des roches métavolcaniques. Les formations les plus jeunes se répartissent en trois groupes :

- Le groupe Araí qui est constitué par des formations métasiliciclastiques et métavolcaniques ;
- Le groupe Paranoá qui est lui constitué par des formations métasiliciclastiques et sédiments métacarbonatés ;
- Et le groupe Canastra qui est formé de calc-schistes, métapélites et quartzites.

On distingue aussi, dans ce domaine externe, des formations d'âge Néoprotérozoïques appartenant aux groupes Ibiá (siliciclastiques) et Vazante (siliciclastiques à grains fins et métacarbonates). Une autre formation d'âge Néoprotérozoïque, constituée de sédiments siliciclastiques et carbonatés (groupe Bambuí), recouvre le groupe Paranoá le long de la marge est de la zone externe. Elle est également présente sur le craton de São Francisco. De même, les nappes de Canastra et d'Araxá recouvrent le groupe Paranoá dans les zones interne et externe, jusqu'au District Fédéral (Brasília).

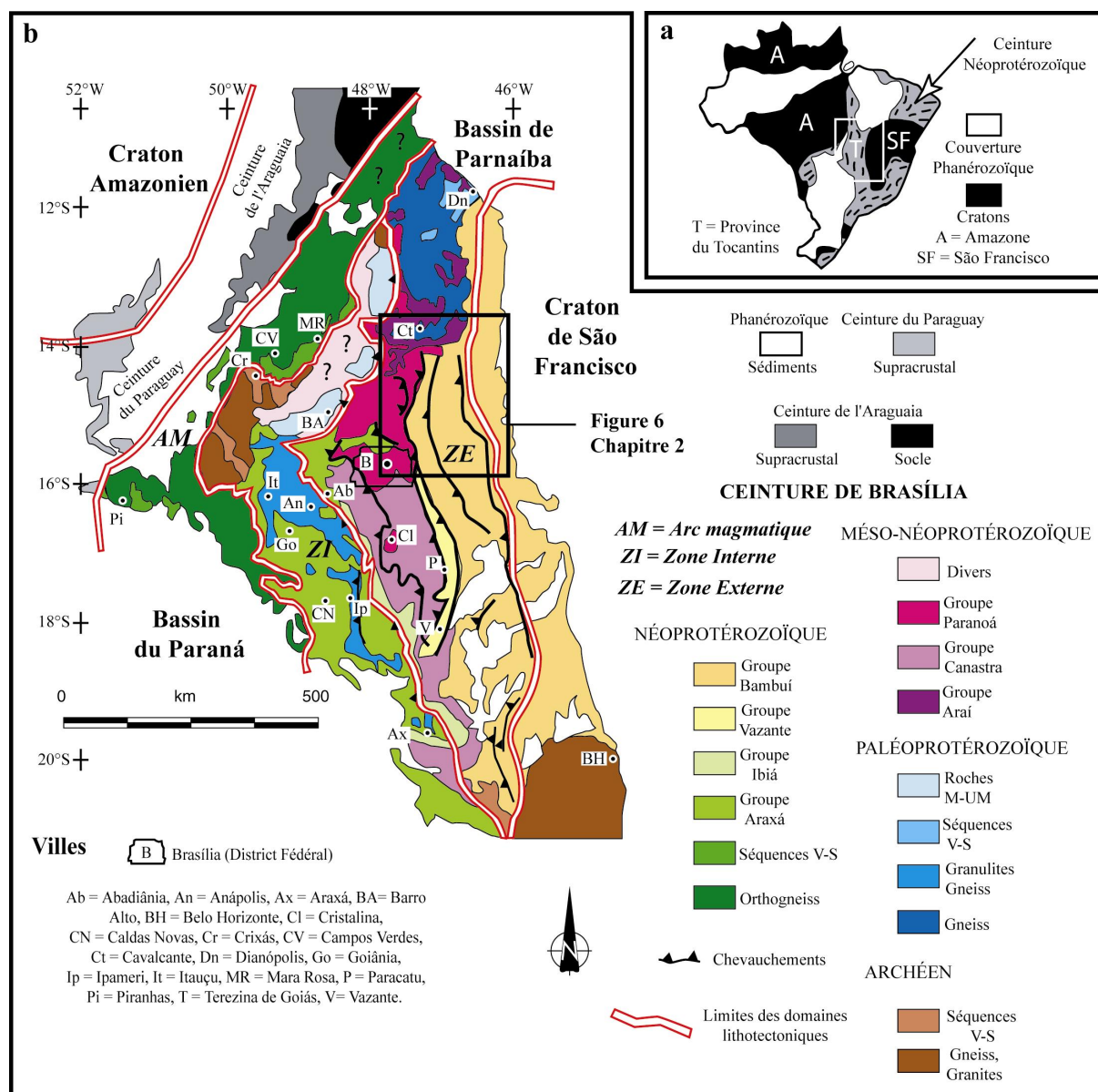


Figure 2 : Cartes géologiques du Brésil montrant : (a) Les principales unités lithotectoniques en particulier la Province du Tocantins située entre les cratons Amazonien et São Francisco (D'el-Rey Silva et Barros Neto., 2002) ; (b) La géologie de la partie centrale de la Province du Tocantins (modifiées d'après Marini et al., 1984 et Fuck et al., 1994).

2- Un climat tropical à saison sèche prononcée

Le climat de la région des Cerrados est de type tropical contrasté (type Aw selon Köppen, 1931 ; Pégy, 1970) avec une saison pluvieuse et une saison sèche, celle-ci étant de durée variable (**Figure 3**). Les conditions climatiques de la région sont fortement influencées par la forêt tropicale humide Atlantique au sud-est, les marécages du Pantanal à l'ouest, la forêt tropicale dense amazonienne au nord-ouest, et la caatinga semi-aride au nord-est (**Figure 1**).

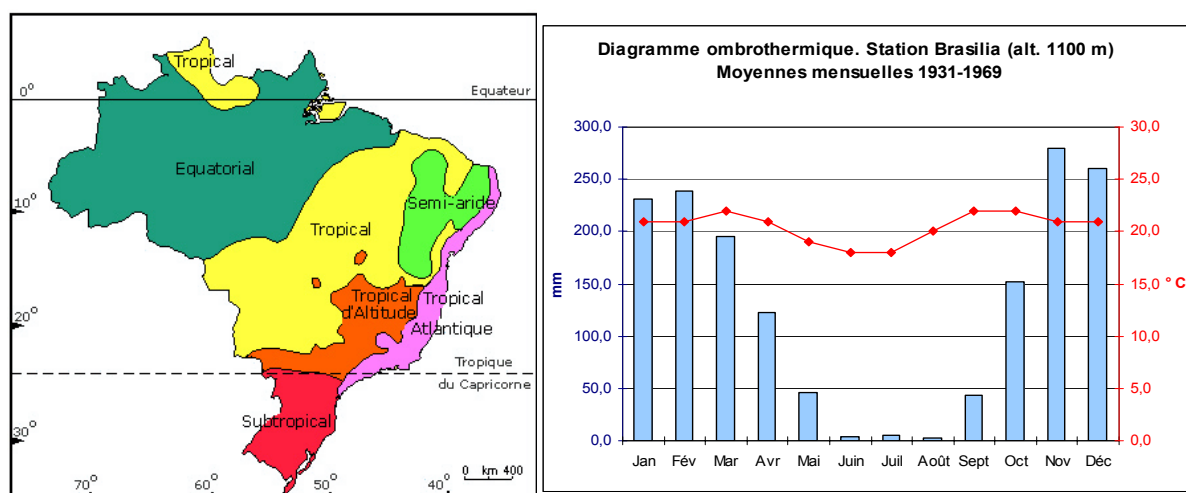


Figure 3 : Carte des principales zones climatiques du Brésil (www.ici-brasil.com/geographie/climat.php) et Diagramme ombrothermique tracé à partir des données enregistrées par la station de Brasilia (sources : Bureau de météorologie (1969), données de 1931 à 1960 pour les précipitations moyennes et CODEPLAN 1976, données de 1961 à 1969 pour les températures moyennes, in Chapuis-Lardy, 1997).

Dans la partie centrale des Cerrados, les pluies se concentrent entre octobre et mars. Les précipitations annuelles moyennes sont comprises entre 1 000 et 2 000 mm (**Annexe 1**) mais seulement 15 % des précipitations tombent à la saison sèche. En l'absence d'irrigation, ceci limite sévèrement la pratique de cultures annuelles au cours de cette saison. L'isothermie des Cerrados est remarquable. En effet, les différences entre températures maximale et minimale atteignent tout au plus 4 à 5 °C et s'atténuent progressivement en approchant de l'Equateur.

3- Le Cerrado : un couvert végétal hétérogène

Le mot "Cerrado" est un substantif masculin qui a une double origine : espagnole signifiant fermé et portugaise signifiant dense, épais, compact.

Le terme portugais "cerrado", ou son pluriel "cerrados", désigne une région naturelle, le Biome du Cerrado, qui a des caractéristiques propres et constitue une province phytogéographique (Eiten, 1978), et toute une série de formations végétales avec des proportions variables d'espèces herbacées et arbustives.

Cependant, au Brésil, "un cerrado" est aussi un type de végétation caractérisé par des arbres de port peu élevé, tordus, en général ayant une écorce épaisse et mousseuse, disséminées dans un tapis d'herbacées (i.e. végétation de type savane).

La physionomie du couvert végétal de la région des Cerrados dépend de la profondeur et de la nature du substrat rocheux et du régime hydrique des horizons de surface. Les principaux types physionomiques déterminés sont les suivants (Spehar et Souza, 1996) (**Figure 4**) :

- Le Cerrado dense ou "Cerradão" qui est une forêt xéromorphe à strate arborée dominante, où les cimes peuvent être jointives ou très légèrement disjointes, la taille des arbres ne dépassant pas 20 m ;
- Le Cerrado s.s. qui est une savane à strate arborée, arbustive et herbacée ;
- Le Cerrado herbacé ou "campo sujo", littéralement "champ sale", où la couverture de la strate arborée ne dépasse pas 6 % ;
- La savane herbacée ou "campo limpo", littéralement "champ propre" où la strate herbacée est dominante (graminées).

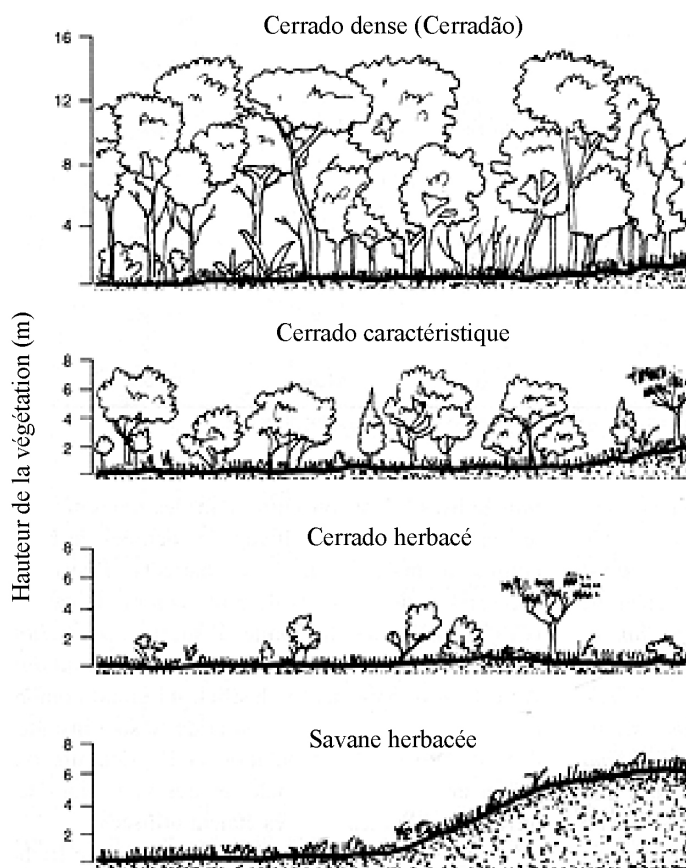


Figure 4 : Représentation schématique de la végétation des Cerrados variant de la forêt dense au pâturage ouvert (modifiée d'après Spehar et Souza., 1996).

Il faut ajouter à cela des formations forestières telles que les forêts galeries, localisées le long des rivières et une grande diversité des 4 faciès de végétation précédents.

Les arbres et arbustes sont pourvus de troncs souvent tortueux dont l'écorce est épaisse, et possèdent des feuilles généralement petites et rugueuses (Pivello¹ ; Spehar et Souza, 1996). Ces caractéristiques permettent à la végétation de limiter les pertes en eau par transpiration et de survivre aux incendies. Certaines espèces végétales sont adaptées à des concentrations élevées en aluminium échangeable dans le sol (Spehar et Souza, 1996). La flore des Cerrados est la plus riche au monde et compte plus de 770 espèces d'arbres et arbustes recensées (Ratter et Dragie, 1992).

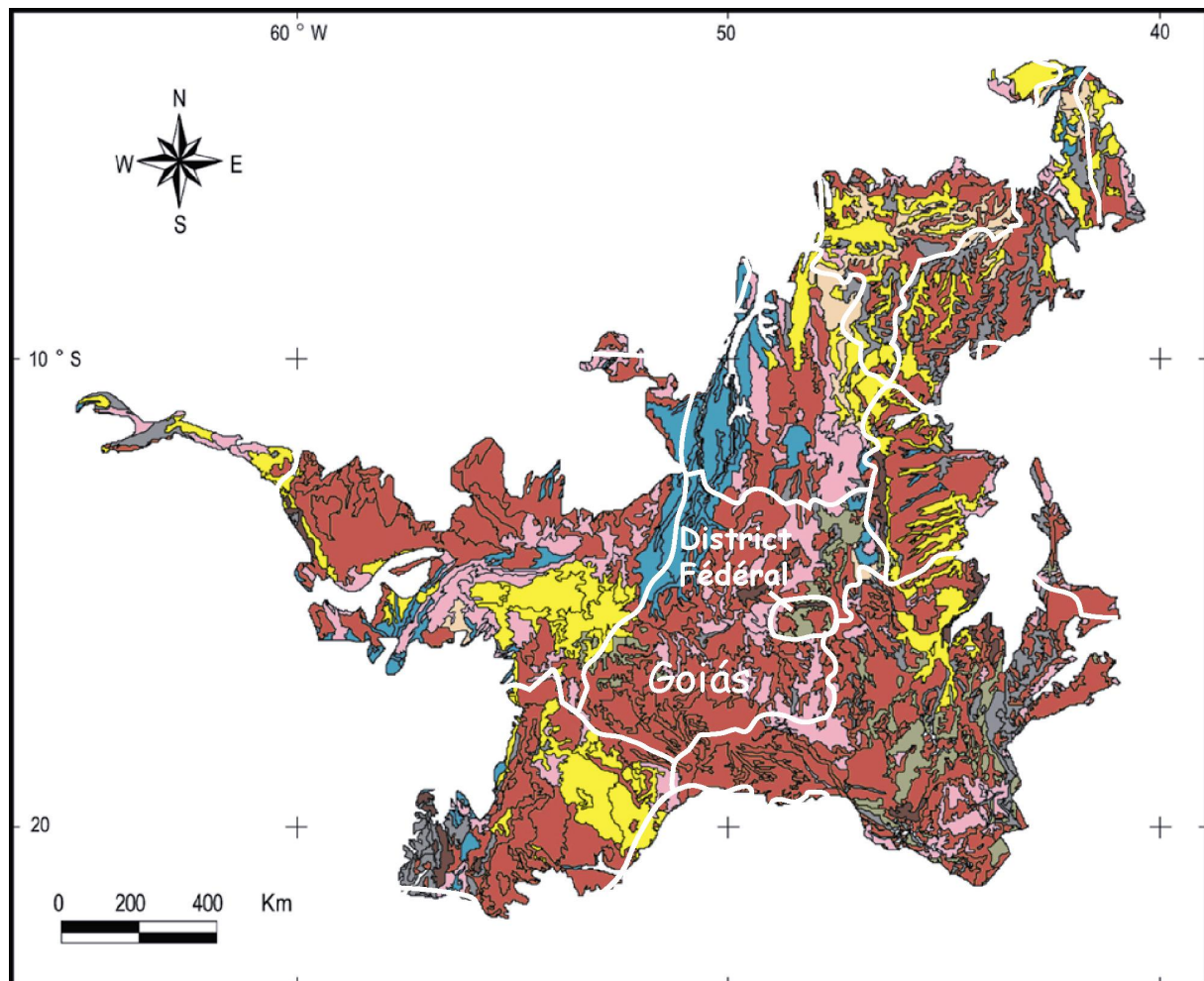
4- Une couverture pédologique où les ferralsols dominent

Les Ferralsols (selon la classification européenne FAO/UNESCO, 1974) sont les principaux sols des Cerrados (**Figure 5**). Ils représentent 46 % de la région en superficie soit 935 870 km² (**Tableau 1**). Ils correspondent à des Oxisols de la Soil Taxonomy (Soil Survey Staff, 1996), à des Latossolos selon la classification brésilienne (EMBRAPA, 1999) et à des Sols Ferrallitiques selon la classification française (CPCS, 1967)². Les Ferralsols sont associés à d'autres types de sols (**Figure 5**) tels que les Cambisols pour lesquels la roche-mère se trouve près de la surface, les Acrisols formés sur roche acide (e.g. gneiss) et les Nitisols dont la roche-mère est basique (e.g. dolérite). Dans les vallées, les Ferralsols laissent la place aux Gleysols et Plinthosols (ISSS Working Group RB, 1998).

Le mot Ferralsol vient des mots latins *ferrum* et *alumen* qui signifient respectivement fer et aluminium, soulignant ainsi que ces sols sont riches en fer et en aluminium sous formes d'oxy-hydroxydes. Selon Van Wambeke (1974), la classe des Ferralsols a été créée pour rassembler les sols que l'on trouve dans les basses latitudes et qui présentent des propriétés spécifiques liées à leur genèse, à leur position géographique et leur comportement agronomique. Ces sols sont présents exclusivement sous climat tropical et recouvrent des grandes surfaces généralement planes et bien drainées. Ils se localisent principalement en Amérique du sud (Brésil) et en Afrique (Congo-Brazzaville, République du Centre Afrique, l'ouest de l'Angola, Guinée et l'est de Madagascar). Ils sont considérés comme résultant d'une très longue altération et sont généralement associés à des roches-mères anciennes.

¹ "Pleins Feux sur le Brésil", <http://www.mre.gov.br/cdbrasil/itamaraty/web/port/index.htm>

² La définition des Ferralsols ne correspond pas rigoureusement à celle des Oxisols, des Sols Ferrallitiques et des Latossolos.



Légende

■	Latossolos (Ferralsols)
■	Terras roxas estruturadas (Nitosols)
■	Solos areno quartzosos profundos (Arenosols)
■	Solos podzolicos (Luvisols et Acrisols)
■	Solos concrecionarios lateriticos (Acrisols)
■	Cambissolos (Cambisols)
■	Solos litolicos e Regosolos (Lithosols et Regosols)
■	Solos aluviais, solos gley e lateritas hidromorficas (Sols alluviaux non hydromorphes, gleysols et plinthosols)

Figure 5 : Répartition des sols dans la région des Cerrados (modifiée d'après EMBRAPA, 1981 et Balbino et al., 2001)

Un Ferralsol possède au moins un horizon (≥ 30 cm d'épaisseur) ayant les caractéristiques suivantes : une altération presque complète des minéraux primaires et une fraction argileuse constituée essentiellement par la kaolinite et/ou les oxy-hydroxydes de fer et d'aluminium (Van Wambeke, 1974). Cette définition a été largement reprise par le Groupe de Travail de l'Association Internationale de Science du Sol ayant en charge l'établissement d'un système de Référentiel Mondial des Sols (ISSS Working Group RB, 1998). Selon ce groupe de travail,

les Ferralsols sont des sols qui présentent un profil de type ABC, des horizons à teneur élevée en fer sous forme d'oxy-hydroxydes, à des profondeurs allant de 30 à 200 cm et qui possèdent au moins un horizon *ferralic*. Un horizon *ferralic* est un horizon de subsurface, d'épaisseur ≥ 30 cm, qui résulte d'une longue et intense altération (ferrallitisation). Il y a alors déstabilisation de tous les minéraux originels (excepté le quartz), néoformation de minéraux argileux et précipitation d'oxy-hydroxydes. Les minéraux de néogenèse sont présents en abondance tels que la kaolinite et/ou des hydroxydes d'aluminium (gibbsite et amorphes), des hydroxydes et oxydes de fer (goëthite, hématite, et amorphes) et des oxydes de manganèse. Il résulte de cette composition une capacité d'échange cationique (CEC) faible, un taux de saturation en bases faible et des pH acides. Par définition, la capacité d'échange cationique rapportée à la fraction granulométrique $< 2\mu\text{m}$ ($\text{CEC}_{\text{argile}}$) de ces sols n'excède pas $16 \text{ cmol} \cdot \text{kg}^{-1}$ et le pH est bien inférieur à 7. Cette minéralogie et le pH bas expliquent la microstructure stable (pseudo-sable) et la teinte jaunâtre (goëthite) ou rougeâtre (hématite) du sol.

SYSTEME DE CLASSIFICATION			SUPERFICIE	
FAO*	Brésil**	Etats-Unis***	km ²	%
Ferralsols	Latossolos	Oxisols	935 870	46,0
Arénosols	Areias quartzosas	Inceptisols	309 715	15,2
Acrisols/Luvisols	Podzólicos	Ultisols/Alfisols	307 677	15,1
Lithosols	Litólicos	Entisols	148 134	7,3
Luvisols/Gleysols	Plintossolos	Oxisols/Inceptisols	122 664	6,0
Cambisols	Cambissolos	Inceptisols	61 943	3,0
Acrisols	Concrecionários	Ultisols/Oxisols	57 460	2,8
Gleysols	Gleis	Inceptisols	40 752	2,0
Nitisols	Terras roxas	Alfisols	34 231	1,7
Autres	Outros	Others	19 154	0,9
Sommes			2 037 600	100,0

Tableau 1 : Les sols des Cerrados (Adámoli et al., 1985, in Spehar et al., 1996)

* Classification européenne (FAO/UNESCO, 1974)

** Classification brésilienne (EMBRAPA, 1981)

*** Classification américaine (ISSS Working Group RB, 1998)

Une autre caractéristique de ces sols est leur uniformité car ils ne montrent pas d'horizons bien distincts. La macrostructure est peu développée et grumeleuse fine. La microstructure est en revanche très développée : elle est formée par des microagrégats dont la forme est sub-sphérique (pseudosand) de taille variable. Dans de nombreux Ferralsols, la macrostructure est absente alors qu'ils sont fortement microagrégés, avec comme conséquence une consistance

friable, appelée parfois "poudre café" (Pedro et al., 1976 ; Blancaneaux et al., 1993) ou comparée à de "la farine qui passe entre les doigts" (ISSS Working Group RB, 1998).

Pour cette étude, le terme Ferralsols sera utilisé au sens du WRB (World Reference Base ; Driessen et al., 2001), c'est-à-dire un sol qui possède un horizon ferrallitique situé entre 25 et 200 cm de profondeur, qui n'a pas d'horizon nitique¹ entre 0 et 100 cm, ni d'horizon argique². Ces sols présentent des transitions très progressives entre horizons et un assemblage argileux dominé par des argiles de faible activité (kaolinite) et une forte teneur en oxydes ou hydroxydes de fer et/ou d'aluminium. Les Ferralsols sont profonds (*solum* de quelques mètres de profondeur). Ils ont une teneur en argile (fraction < 2µm) très variable selon le type de roche-mère (de 15-20 à 70-90 %) mais se comportent comme des sols de texture moyenne. Ils ne présentent pas de "mottes" distinctes mais possèdent une porosité élevée, une perméabilité satisfaisante ainsi qu'un taux d'infiltration favorable qui s'expliquent par une microagrégation très développée. La forte cohésion des (micro-)agrégats et la rapide (re)floculation³ des particules en suspension compliquent les mesures de la distribution des tailles de particules du matériel.

5- Une macrofaune du sol peu étudiée

Les travaux sur l'importance de la macrofaune⁴ du sol dans les Cerrados sont encore assez limités, par rapport à ceux réalisés sur le continent africain. Ainsi, Rocha et al. (1990) ont montré que dans le District Fédéral, l'abondance de chaque espèce animale présentait une grande variabilité, avec des espèces très peu présentes et d'autres pouvant atteindre des densités de plus d'un million d'individus au mètre carré (cas des Collembolles, Coléoptères et hyménoptères). D'après ces mêmes auteurs, certaines espèces animales de la région sont

¹ **L'horizon nitique** (du L. *nitidus*, brillant) est un horizon subsuperficiel riche en argile dont le caractère principal est une structure polyédrique ou nuciforme, modérément à fortement développée, avec de nombreuses faces de peds brillantes, qui ne peuvent être, ou seulement partiellement, attribuées à une illuviation d'argile.

² **L'horizon argique** (du L. *argilla*, argile blanche) est un horizon subsuperficiel ayant une teneur en argile nettement plus élevée que l'horizon sus-jacent. La différenciation texturale peut être due à une accumulation illuviale d'argile, à une formation pédogénétique prédominante d'argile dans le sous-sol, ou à la destruction de l'argile dans l'horizon de surface, ou à une érosion sélective en surface de l'argile, ou à une activité biologique, ou à la combinaison de deux ou plus de ces différents processus.

³ Ceci s'explique par le fait que les surfaces minérales sont à charges variables.

⁴ Les invertébrés sont classés selon leur taille et leur comportement vis à vis de l'eau (Lavelle, 1983 ; Lavelle et Spain, 2001) (cf. Annexe 1) :

- La microfaune est < 0,2 mm et vit dans l'eau (protistes et nématodes) ;
- La mésofaune est 0,2 à 10 mm et hygrophile (micro-arthropodes, enchitréides) ;
- La macrofaune est > 10 mm et hygrophile. Elle comprend les vers de terre, les termites, les fourmis et les myriapodes.

limitées à des formations végétales bien particulières alors que d'autres ont une distribution beaucoup plus vaste, montrant ainsi que la diversité de la faune des Cerrados reflète son niveau d'adaptation. En ce qui concerne les invertébrés édaphiques de la région, ils sont principalement représentés par les trois groupes suivants : les Mollusques, Annélides et Arthropodes.

Dans la région des Cerrados, Raw (1996) a estimé la densité moyenne de termites par kilomètre carré à 34320 colonies. Dans un Cerrado de l'état de Mato Grosso, Domingos et al. (1986) ont montré que le genre *Nasutitermes* représentait jusqu'à 14 % des nids mais que la majorité des espèces rencontrées ne construisaient pas de nid typique et vivaient dans des galeries indépendantes les unes des autres. De même, Gontijo & Domingo (1991), lors d'une étude sur la distribution spatiale des termites en fonction de leur régime alimentaire, dans la région des Cerrados (sud-est), ont montré que les espèces lignophages prédominaient sous végétation naturelle. Enfin, selon Dias et al. (1997), les termites représenteraient entre 35 et 88 % de la macrofaune inventoriée sous différents types de végétation naturelle.

Il n'existe pas, du moins en notre connaissance, de références bibliographiques sur les différentes espèces de vers de terre et de fourmis de la région des Cerrados. Il a été décrit, dans plusieurs études (Brown et al., 2004 ; Dunn, R.R. 2004) que la biomasse des termites et fourmis avait tendance à augmenter lors de la mise en culture, contrairement au vers de terre.

III- Problématique et Objectifs de l'étude

Une des principales caractéristiques physiques des Ferralsols est leur microstructure très développée et le très faible développement, voire l'absence de macrostructure. Or, pour ce type de sol, c'est principalement de l'état structural que dépend la fertilité du sol dès lors que, lorsqu'elles existent, les contraintes fortes liées aux propriétés chimiques ont été levées. En effet, la structure microagrégée favorise l'enracinement profond et permet l'infiltration rapide de l'eau en profondeur (Blancaneaux et al., 1993 ; Freitas et al. 1998). Dans de tels sols, un plus faible développement de la microstructure a des conséquences très importantes sur les propriétés physiques et le comportement agronomique.

La mise en culture a fréquemment été identifiée comme pouvant être l'une des causes d'une dégradation de la microstructure des Ferralsols et de la macrostructure lorsqu'elle s'exprime (Balbino et al., 2002b). On doit cependant reconnaître que les données disponibles ne permettent pas de clairement attribuer à la mise en culture un effet dégradant de la structure. Généralement, les données nous renseignent que très globalement sur l'état de

microagrégation des sols (valeur de densité apparente, données morphologiques sur la structure).

La microstructure est elle-même mal connue. Ses caractéristiques morphologiques (taille, mode d'assemblage), sa stabilité (édifice rigide à très faible dispersion) et son origine (physique, biologique) sont encore controversées. En particulier, on ne dispose pas de relation entre le degré de développement de la microagrégation et la porosité du sol alors que cette dernière grandeur est très utilisée pour discuter des propriétés physiques du sol. On ne sait pas non plus comment les variations de la microagrégation et le statut organique interfèrent dans les Ferralsols, en particulier si la mise en culture par le changement dans les apports organiques et leur transformation qu'elle induit joue un rôle.

Dans ce contexte général, notre étude a pour objectif d'approfondir l'analyse morphologique de la microstructure qui a été réalisée dans les études antérieures et de relier le développement de cette microstructure aux caractéristiques de la porosité. Elle a aussi pour objectif de préciser la nature des matières organiques présentes dans les Ferralsols. Cette double analyse sera conduite en étudiant les transformations qui résultent du passage d'une végétation naturelle à un pâturage. L'étude portera par conséquent sur des Ferralsols sous Cerradão et d'autres sous pâturages. Nous pourrons de la sorte analyser les différences qui auront été induites par le changement d'usage du sol et cela tant du point de vue de la microstructure que de la matière organique.

Après avoir présenté le site d'étude et les caractéristiques générales des sols sélectionnés (Chapitre II), nous préciserons la nature des constituants minéraux et organiques (Chapitres III et IV). Puis nous analyserons le mode d'assemblage des constituants (macro- et microstructure) et les variations de porosité qui en résultent (Chapitre V). L'ensemble des résultats sera repris dans le cadre d'une discussion générale (Chapitre VI). Pour finir, nous conclurons en rassemblant les principaux résultats de cette étude et en développant les perspectives qu'elle ouvre.

**Chapitre II - Présentation du site d'étude et
caractères morphologiques des Ferralsols
échantillonnés**

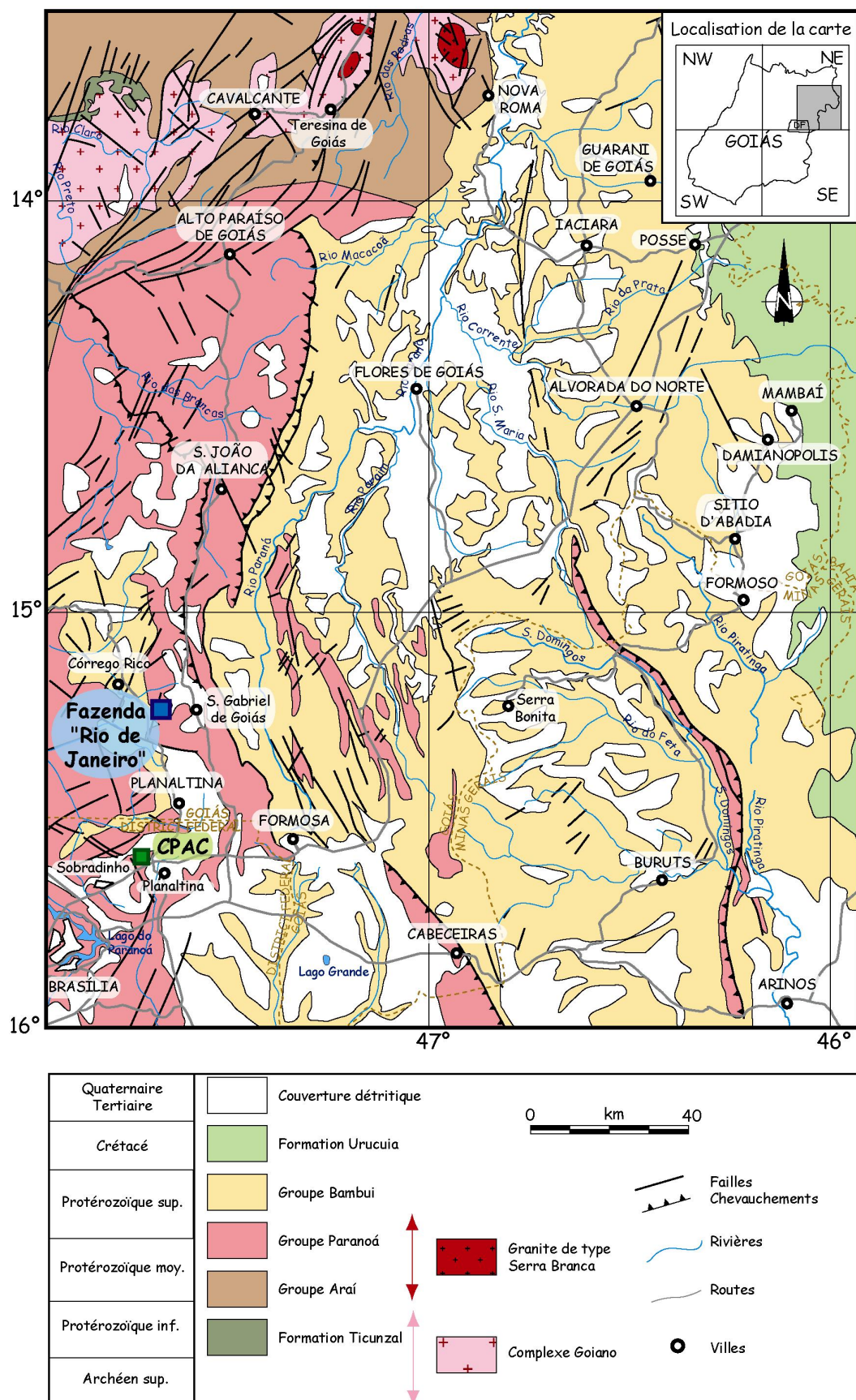


Figure 6 : Carte géologique de la zone d'étude et localisation de la fazenda "Rio de Janeiro" et du centre EMBRAPA-CERRADO (CPAC).

I- Introduction

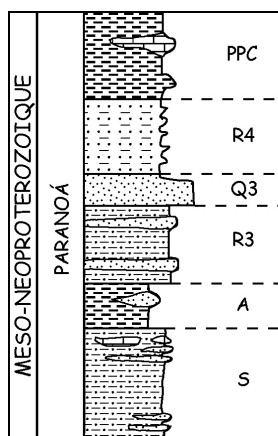
Le site d'étude est localisé dans l'état de Goiás, à 40 km au nord de Planaltina (DF), dans la Fazenda¹ "Rio de Janeiro", soit en plein centre de la région des Cerrados (Figures 1 et 6).

II- Caractéristiques du site

1- Géologie

Les roches sous jacentes sont des métasédiments appartenant au groupe Paranoá (1,2 Ga). Elles sont peu déformées et ont subi un métamorphisme de faible intensité (**Figure 6**). La colonne stratigraphique du groupe Paranoá (**Figure 7**) a été décrite par Freitas-Silva et Campos (1998). Ces auteurs ont identifié 6 lithofaciès :

- Une unité basale S constituée par des métasiltites et métarythmites avec des intercalations carbonatées ;
- Une unité A composée de schistes et ardoises ;
- Une unité R3 présentant des métarythmites avec de nombreux bancs de quartzites ;
- Une unité Q3 formée uniquement de quartzite ;
- Une unité R4 constituée par des métarythmites avec une fraction argileuse dominante ;
- Et enfin une unité sommitale PPC représentée par des métasiltites et des ardoises avec des calcaires lentiformes.



Unité PPC : métasiltites et ardoises avec lentilles de calcaires.

Unité R4 : métarythmites argileuse.

Unité Q3 : quartzites.

Unité R3 : métarythmites avec de nombreux bancs de quartzites.

Unité A : schistes et ardoises.

Unité S : métasiltites et métarythmites avec intercalations carbonatées.

Figure 7 : Colonne stratigraphique du groupe Paranoá, selon Freitas-Silva et Campos (1998).

¹ Fazenda = Exploitation agricole.

2- Climat

Le climat est représentatif de la région des Cerrados. Il présente deux saisons bien distinctes : une saison sèche de mai à septembre et une saison humide le reste de l'année. Le diagramme ombrothermique (**Figure 8**) réalisé, grâce aux données enregistrées par la station météorologique de l'EMBRAPA-Cerrados, entre 1974 et 2000 (Station EMBRAPA – CPAC, près de Planaltina de Goiás²) fait clairement apparaître les deux saisons.

Les données détaillées sur les précipitations de la zone d'étude pour les années 1999 à 2002 (dont les 2 mois de prélèvement des échantillons) figurent en **Annexe 2**.

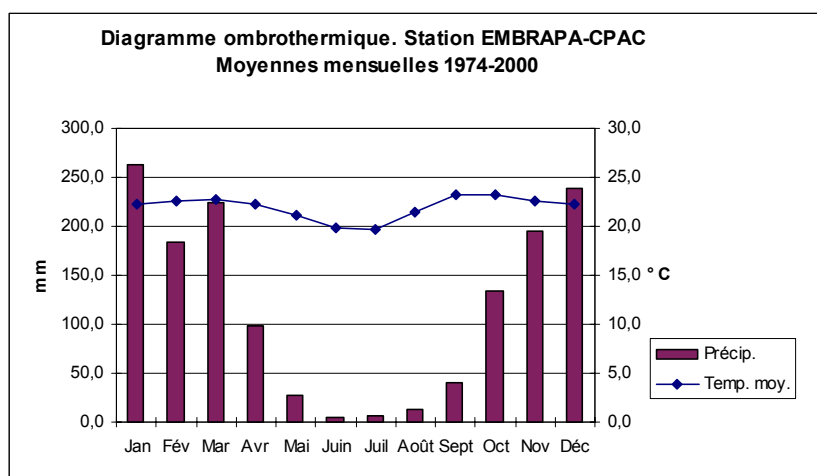


Figure 8 : Diagramme ombrothermique réalisé à partir des données enregistrées par la station météorologique de l'EMBRAPA-Cerrados, entre 1974 et 2000.

3- Végétation

Une partie du site étudié est encore sous végétation naturelle de type Cerradão (**Figure 9 a-e**). Les principales espèces d'arbres de ce Cerradão appartiennent aux familles des *Caesalpiniaceae*, *Caryocaraceae*, *Chrysobalanaceae*, *Guttiferae*, *Icacinaeae*, *Lythracea*, *Vochysiaceae*³. Le reste du site est occupé par des pâturages de *Brachiaria brizantha* c.v. *Marundú* (graminée fourragère d'origine africaine) (**Figure 9 e, f et g**).

Le Cerradão n'aurait pas été modifié de façon majeure par l'homme (au moins depuis 50 ans). Avant leur mise en culture, les zones pâturées étaient occupées par une végétation naturelle de type Cerradão. Elles ont été défrichées à l'aide d'une chaîne attachée à deux puissants engins à chenilles qui avancent parallèlement à vitesse constante (Hudson, 1975).

¹ Station EMBRAPA – CPAC, Latitude 15° 35' 30", Longitude 47° 42' 30", Altitude 1007 m.

² Inventaire non publié réalisé par D. Mitja (I.R.D.) en janvier 2004 (Annexe 2).



Figure 9 : Contexte végétal de la zone d'étude : a), b), c) Végétation naturelle de type Cerradão ; d) Cerradão défriché il y a quelques années ; e) En premier plan, le pâturage (en haut de pente) et au fond, le Cerradão ; f), g) Pâturages de *Brachiaria brizantha*.

Une grande partie du bois a été vendu comme bois précieux, une autre partie a été utilisée pour la production de charbon de bois et le reste a été entassé en andains avant d'être brûlé. Les zones ainsi défrichées ont été labourées à l'aide de charrues lourdes à disques. On a ensuite procédé au semis de *Brachiaria brizantha* et à une fertilisation NPK (50 kg P, 60 kg N et 30 kg K). Enfin, entre 2 et 3 tonnes de calcaire dolomitique par hectare ont été apportées. Par la suite, aucun apport de fertilisant, ni travail du sol n'ont été effectués sur ces parcelles en pâturage.

4- Faune

Sur le site d'étude, un premier inventaire de la macrofaune a été réalisé par Benito et al. (2004), sous végétation naturelle (Cerradão) et sous pâturage de *Brachiaria brizantha*. Cependant, ce premier inventaire ne concerne que les 30 premiers centimètres du sol. Les principaux groupes taxonomiques recensés sont, dans l'ordre d'importance, les termites, les coléoptères, les fourmis, les arachnides et les diplopodes. Les termites appartiennent presque tous à la famille des *Termitidae* (termites les plus évolués) et à la sous famille des *Nasutitermitinae* (**Tableau 2**). Toutefois, il faut préciser que le nombre d'individus non-déterminés est très important et qu'à ce stade de l'étude, le travail de détermination n'en est qu'à ses débuts.

Végétation	famille	sous famille	genre	régime alimentaire	densité %
Cerradão naturel	Termitidae	termitinae	Spinitermes	Humivores	14
	Termitidae	nasutitermitinae	Atlantitermes		
	Rhinotermitidae	-	Hétérotermes	Lignophages	14
	Termitidae	nasutitermitinae	Nasutitermes		
	Termitidae	nasutitermitinae	Procornitermes	Fourrageurs	19
	Termitidae	nasutitermitinae	Rhyncotermes		
	Termitidae	nasutitermitinae	Syntermes		
	Termitidae	nasutitermitinae	Vélocitermes		
	non déterminés				53
Cerradão défriché	Termitidae	nasutitermitinae	Curvitermes	Humivores	6
	Termitidae	nasutitermitinae	Spinitermes		
	Termitidae	nasutitermitinae	Syntermes	Fourrageurs	13
	non déterminés				81
Témoin	Termitidae	nasutitermitinae	Cornitermes	Fourrageurs	6
	Termitidae	nasutitermitinae	Procornitermes		
	Termitidae	nasutitermitinae	Syntermes		
	non déterminés				94

Tableau 2 : Proportions relatives des densités de termites rencontrés selon leur régime alimentaire (Bobillier B. 1999).

Correspondance des parcelles étudiées par Bobillier (1999) avec nos sites d'étude :

- "Cerradão naturel" ⇒ Sites d'étude CER 1 et CER 2 ;
- "Cerradão défriché" ⇒ Site d'étude PAT 3 ;
- "Témoin" ⇒ Site d'étude PAT 1.

Les constructions de la sous-famille *Nasutitermitinae* sont très divers, tant du point de vue de la nature des matériaux, qu'architecturalement. Leurs nids sont souvent complexes et de grande taille (Grassé, 1984). Le régime alimentaire des termites est fonction de la végétation avoisinante : ainsi sous Cerradão on trouvera des lignophages alors que sous pâturage, ce ne sont plus que des fourrageurs (**Tableau 2**). De plus, Benito et al. (2004) qui ont poursuivi cette étude de la macrofaune sur le même site d'étude, ont montré que le labour entraînait une diminution de la population de la macrofaune. Ces mêmes auteurs ont aussi remarqué que la diversité des termites et le nombre de prédateurs (araignées, scorpions et pseudoscorpions) étaient plus grands sous végétation de type Cerradão que sous pâturage. Enfin, selon ces mêmes auteurs, la population de termites est plus élevée sous un pâturage âgé (9 ans) que sous pâturage récent (2 mois).

III- Les Ferralsols étudiés

Plusieurs profils de Ferralsols ont été étudiés au cours des mois de mars et avril 2002 : 2 profils sous Cerradão et 3 profils sous pâturage (**Figure 10**). Ils sont situés dans un secteur de 1 km² environ, correspondant à un versant de faible pente (~ 5 %). Ce secteur a fait l'objet de nombreuses études (c.f : Bobillier 1999 ; Balbino et al. 2001, 2002a et b, 2004) qui ont montré une grande homogénéité des sols (Ferralsols) tant du point de vue de la composition que des propriétés physiques. Ce choix de terrain a pour but d'observer quelles peuvent être les modifications (physiques et chimiques) d'un sol à la suite d'un changement d'usage de ce sol (élimination de la végétation naturelle de type Cerradão pour installer des pâturages).

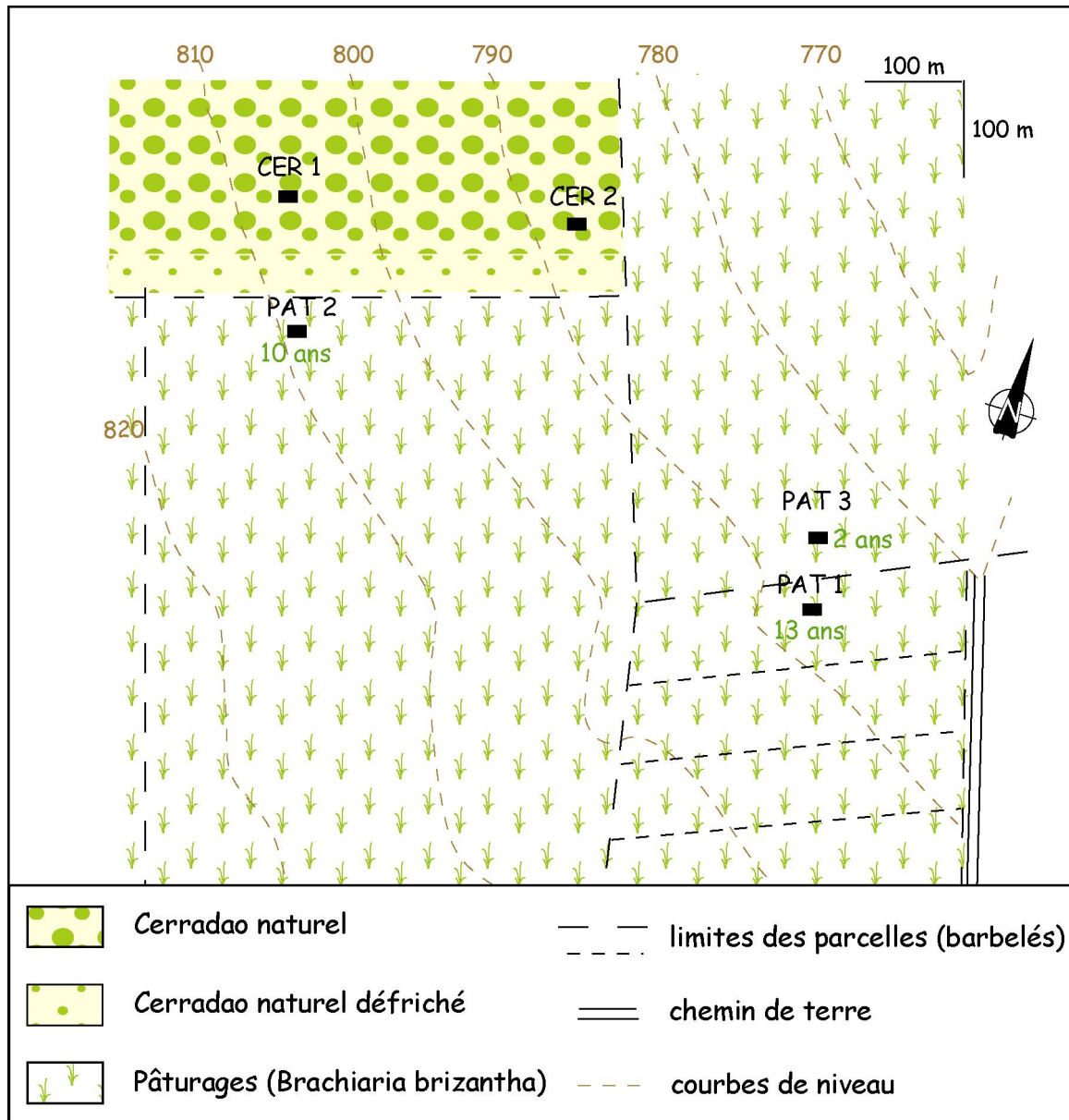


Figure 10 : Plan schématique des parcelles d'étude, position des 5 profils CER 1, CER 2, PAT 1, PAT 2 et PAT 3.

1- Le profil de Ferralsol localisé en haut de pente sous Cerradão (CER 1)

Ce profil est localisé sous une végétation de Cerradão typique. Quelques fourmilières et quelques termitières épigées et arboricoles (cf. chapitre I) ont été observées à proximité du profil (**Figure 11 a-b**).

Le sol présente une très faible différenciation verticale. Le développement de la macrostructure et la couleur varient très progressivement avec la profondeur (**Figure 12**). En surface (0-20 cm), la macrostructure est composée d'agrégats polyédriques peu nets de taille moyenne (1 à 10 cm) qui se débitent en agrégats sub-anguleux à arrondis de plus petite taille (< 1 cm). Ces derniers sont composés de microagrégats arrondis, de taille < 1 mm. La couleur en surface est brune en raison de la présence de matière organique. En profondeur, alors que la microstructure est de plus en plus représentée, la macrostructure est de moins en moins nette, pour finir par être absente à partir de 100 cm de profondeur. La couleur varie du rouge jaunâtre au rouge (5YR 5/6 à 2,5YR 5/6) en profondeur. Les variations de structure et de couleur ont permis de distinguer quatre horizons (A, AB, Bw1 et Bw2) dont les limites sont très peu nettes (**Tableau 3**).

L'activité biologique est très présente. De très nombreuses racines ont été observées dans le profil (**Tableau 3**). La macrofaune est elle aussi bien représentée, notamment par un grand nombre de fourmis et de termites. Plusieurs loges et de nombreuses galeries de termites ont été observées, en particulier dans les horizons AB et Bw1 (**Figure 11 c**).

Quelques volumes de dimension sub-millimétrique, de texture argileuse, de couleur beige clair à rougeâtre sont disséminés dans tout le profil. Ils correspondraient à des lithoreliques des métasédiments sous-jacents. Des nodules d'oxydes de fer de quelques millimètres de diamètre et des fragments de charbons de bois de tailles diverses (< 1 mm à quelques centimètres) sont présents dans l'ensemble du profil.



Figure 11 : Quelques constructions biogéniques : a) Termitière épigée dans le Cerradão ; b) Termitière arboricole dans le Cerradão ; c) Loge de termite (sous pâturage).

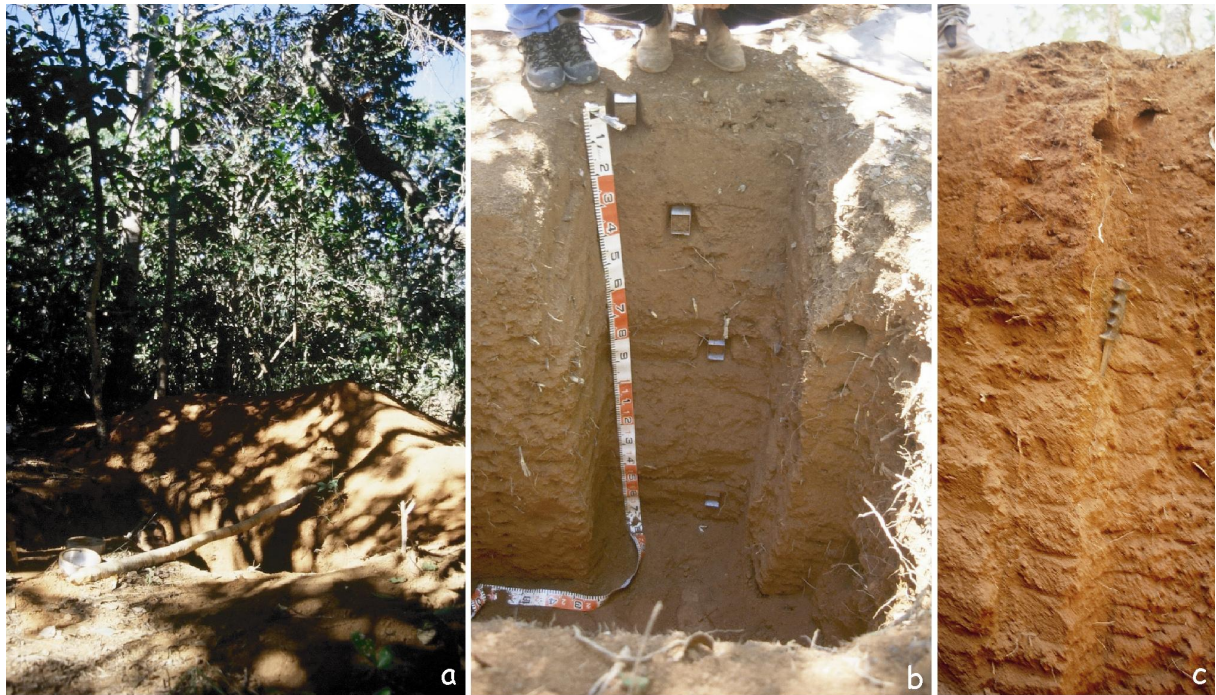


Figure 12 : Ferralsol localisé sous Cerradão en haut de pente (profil CER 1) : a) fosse pédologique et son environnement, b) face échantillonnée avec localisation des prélèvements pour étude en microscopie et c) face échantillonnée pour les caractéristiques globales, mesure de densité apparente et distribution de taille des agrégats.

Horizons	Profondeurs (en cm)	Humidité	Teinte	Structure	Racines
A	0–20	Sec	Brun (7,5YR 4/4)	Cohésion due aux racines, débit en agrégats pluricentimétriques anguleux qui se débitent en agrégats subanguleux < 1cm	Denses, horizontales, de taille moyenne (1 à 5 mm de diamètre), répartition et taille assez homogènes. Inter-agrégats.
AB	20–40	Sec	Brun foncé (7,5YR 4,5/6)	Nombreux volumes centimétriques denses	Assez dense, de tailles très variable de fines à très grosses (1 mm à quelques centimètres), en majorité obliques, répartition non homogène
Bw1	40–100	Sec	Rouge jaunâtre (5YR 5/6)	Quelques volumes denses de taille >> 2 cm	Peu nombreuses, assez fines (< 2 mm), et obliques, répartition très hétérogène
Bw2	100–200	Frais	Rouge à rouge jaunâtre (2,5 à 5YR 5/6)	Absence de macrostructure	Très peu nombreuses et très fines (< 1 mm), verticales, et quelques très grosses obliques, répartition très hétérogène

Tableau 3 : Description du profil CER 1

2- Le profil de Ferralsol localisé en milieu de pente sous Cerradão (CER 2)

Le couvert végétal est un Cerradão typique. Des fourmilières et termitières épigées et arboricoles sont présentes à proximité du profil (**Figure 11 a-b**).

Le sol montre une très faible différenciation verticale. La macrostructure, qui est quasiment absente, et la couleur varient très progressivement avec la profondeur (**Figure 13**). En surface (0-20 cm), la macrostructure est composée d'agrégats polyédriques peu nets de taille pluricentimétrique qui se débitent en agrégats subanguleux à arrondis de plus petite taille (< 1 cm). Ces derniers sont composés de microagrégats arrondis, de taille < 1 mm. La couleur de l'horizon de surface est brun rougeâtre du fait de la présence de matière organique. La macrostructure est représentée par des volumes denses de moins en moins nombreux avec la profondeur, pour finir par être quasi-absents à partir de 110 cm de profondeur. La microstructure est de plus en plus dominante en profondeur. La couleur devient de plus en plus rouge (2,5YR 4/6 à 4/8) en profondeur. Les variations principalement de structure mais aussi de couleur ont permis de distinguer quatre horizons (A, AB, Bw1 et Bw2) dont les limites sont très peu nettes (**Tableau 4**).

La forte densité de racines en surface diminue énormément en profondeur, mais ne disparaît pas complètement (**Tableau 4**). De très nombreuses fourmis et des termites ont été observés dans tout le profil. Quelques galeries de termites sont présentes dans les horizons AB et Bw1. Des volumes sub-millimétriques, beige clair à rougeâtre et de texture argileuse ont été observés dans tout le profil. Ils correspondraient à des lithoreliques des métasédiments sous-jacents. Des nodules d'oxydes de fer de quelques millimètres de diamètre et des fragments de charbons de bois (< 1 mm à quelques centimètres) subsistent dans l'ensemble du profil.



Figure 13 : Ferralsol localisé sous Cerradão en milieu de pente (profil CER 2) : a) fosse pédologique et son environnement, b) face échantillonnée avec localisation des prélèvements pour étude en microscopie.

Horizons	Profondeurs (en cm)	Humidité	Teinte	Structure	Racines
A	0–20	Sec	Brun rougeâtre à rouge jaunâtre (5YR 4/5)	Cohésion due aux racines, débit en agrégats pluricentimétriques anguleux qui se débitent en agrégats sub-anguleux < 1cm	Assez denses, horizontales à obliques, de taille variable (< 1mm à 4cm de diamètre), répartition assez homogène, inter-agrégats.
AB	20–70	Sec	Rouge (2,5YR 4/6)	Nombreux volumes denses et agrégats sub-anguleux	Assez dense, de tailles très variable de fines à très grosses (1 mm à quelques cm), en majorité obliques, répartition non homogène
Bw1	70–110	Sec	Rouge (2,5YR 4,5/6)	Quelques volumes denses >> 2 cm	Peu nombreuses, assez fines (1 mm), et verticales, répartition très hétérogène
Bw2	110–200	Frais	Rouge (2,5YR 4/8)	Absence de macrostructure	très peu nombreuses et très fines (< 1 mm), verticales, et quelques très grosses obliques, répartition très hétérogène

Tableau 4 : Description du profil CER 2

3- Le profil de Ferralsol localisé vers le bas de la pente sous Pâturage (PAT 1)

Ce profil est localisé sous une végétation de *Brachiaria brizantha* semée après défrichement du Cerradão en 1989 (**Figure 14 a**). De nombreuses termitières et fourmilières épigées sont présentes sur la surface du sol à proximité du profil. Un rapide inventaire a été réalisé sur une surface de 500 m² (25 x 20 m) autour du profil (**Figure 15**). Ainsi, ont été recensées :

- 11 fourmilières, dont 10 sont sans individu (abandonnées) (6 sont < à 10 cm de haut et 4 sont > à 10 cm de haut) et 1 est accrochée dans les herbes (> 10 cm).
- 64 termitières, dont 15 sont des dômes > à 10 cm de haut, 34 sont plates < 10 cm de haut (dont 10 sont sur des bouses de vache et 1 est sur du bois mort), et 15 sont sans individu (abandonnées) (2 sont > 10 cm de haut, le reste < 10 cm, dont 3 sont sur des bouses de vache).

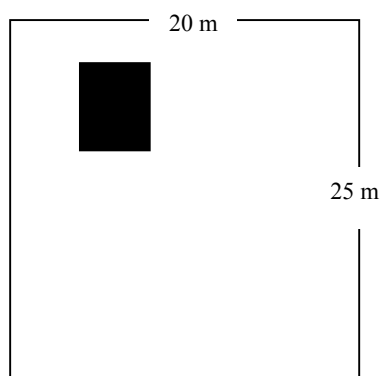
La plus grosse termitière de la zone d'étude se situe au sommet du profil étudié. Elle mesure environ 60 cm de haut et se poursuit en profondeur sur environ 40 cm.

Le sol présente une très faible différenciation verticale. En surface, on observe une porosité en fentes certainement due aux conditions de surface et au fait que le profil est plus ancien (rafraîchissement d'un profil creusé depuis plusieurs années). En profondeur, aucune porosité n'est présente. Dans l'ensemble, l'eau circule dans les fentes et surtout entre les agrégats. En effet, dans les agrégats, la porosité estimée à l'œil nu reste faible (3 pores/cm²).

Le développement de la macrostructure et la couleur varient très progressivement avec la profondeur (**Figure 14 b-c**). En surface (0-10 cm), la macrostructure est composée d'agrégats polyédriques peu nets de taille moyenne (1 à 10 cm) qui se débitent en agrégats sub-anguleux à arrondis de plus petite taille (< 1 cm). Ces derniers sont composés de microagrégats arrondis, de taille < 1 mm. La couleur brune de l'horizon de surface est due à la présence de matière organique. En profondeur, la macrostructure est de moins en moins nette, pour finir par être quasi-absente à partir de 110 cm de profondeur. La microstructure est très peu représentée en surface mais l'est de plus en plus en profondeur. La couleur varie du rouge jaunâtre au rouge (5YR 5/6 à 2,5YR 5/6, 5/7) en profondeur. Les variations de structure et de couleur ont permis la distinction de quatre horizons (A, AB, Bw1, Bw2) dont les limites ne sont pas franches (**Tableau 5**). Des restes de filons de quartz relictuels ont été identifiés entre 93 et 105 cm et vers 160 cm.



Figure 14 : Ferralsol localisé sous pâturage semé en 1989 en bas de pente (profil PAT 1) : a) et b) fosse pédologique et son environnement et c) face échantillonnée pour les caractéristiques globales, mesure de densité apparente et distribution de taille des agrégats.



	En activité		Abandonnées	
	<10 cm	>10 cm	<10 cm	>10 cm
Termitières	34	15	13	2
Fourmilières	1	0	6	4

Figure 15 : Comptage des termitières et fourmilières au niveau du profil PAT 1 sur 500 m² (à gauche, en noir position du profil dans la zone considérée, ci-dessus, tableau de résultats du comptage).

L'activité biologique est forte. De très nombreuses racines ont été observées dans tout le profil (**Tableau 5**). La macrofaune est représentée par de très nombreux termites et fourmis. De nombreuses loges et galeries de termites sont présentes dans les horizons AB et Bw1 (**Figure 11 c**). De plus, la grosse termitière épigée se prolonge sur environ 40 cm dans le profil.

Horizons	Profondeurs (en cm)	Humidité	Teintes	Structure	Racines
A	0–10	Humide	Brun rougeâtre à rouge jaunâtre (5YR 4/5)	Cohésion due aux racines, débit en agrégats pluricentimétriques anguleux qui se débitent en agrégats sub-anguleux < 1cm	Très dense (> 50/dm ²), fines à moyennes (1 à 5 mm), répartition régulière, horizontales, passent entre les agrégats (formes biscornues)
AB	10–55	Sec	Rouge jaunâtre (5YR 5/6)	Nombreux volumes denses, agrégats sub-anguleux	Dense (> 50/dm ²), fines à moyennes (1 à 5 mm), répartition assez régulière, obliques et verticale, passent entre les agrégats
Bw1	55–110	Sec	Rouge (2,5YR 5/6)	Quelques volumes denses >> 2 cm	Homogénéité de taille, fines à très fines (< 1 à 1 mm), verticales, inter et intra-agrégats
Bw2	110–170	Frais	Rouge (2,5YR 5/7)	Absence de macrostructure	Répartition moins homogène, moins nombreuses, très fines (< 1 mm), inter mais surtout intra-agrégats

Tableau 5 : Description du profil PAT 1.

Des volumes de dimension sub-millimétrique, de texture argileuse de couleur beige clair à rougeâtre sont présents dans tout le profil. Ils sont interprétés comme étant des lithoreliques des métasédiments sous-jacents. Des nodules d'oxydes de fer de quelques millimètres de diamètre et des particules opaques correspondant à des fragments de charbons de bois (< 1 mm à quelques centimètres) sont disséminés dans l'ensemble du profil.

4- Le profil de Ferralsol localisé en haut de pente sous Pâturage (PAT 2)

Ce profil est localisé sous une végétation de *Brachiaria brizantha* semée après défrichement du Cerradão, avant 1992 (**Figure 16 a**). Aucune fourmilière, ni termitière épigée n'a été observées à proximité du profil.



Figure 16 : Ferralsol localisé sous pâturage semé avant 1992 en haut de pente (profil PAT 2) : a) fosse pédologique et son environnement, b) face échantillonnée avec localisation des prélèvements pour étude en microscopie et c) face échantillonnée pour les caractéristiques globales, mesure de densité apparente et distribution de taille des agrégats.

Horizons	Profondeurs (en cm)	Humidité	Teinte	Structure	Racines
A1	0–5	Frais	Brun foncé (7,5YR 4/6)	Cohésion due aux racines, absence d'agrégats pluricentimétriques	Très dense (> 50/dm carré), homogénéité de taille moyenne (2 à 5 mm de diamètre), répartition régulière, horizontales, inter et intra-agrégats
A2	5–20	Frais	Brun foncé (7,5YR 4/7)	Cohésion due aux racines, faible débit en agrégats pluricentimétriques anguleux qui se débitent en agrégats sub-anguleux de 5 mm à 2 cm de diamètre	Très dense (> 50/dm carré), homogénéité de taille moyenne (2 à 5 mm de diamètre), répartition régulière, horizontales, inter et intra-agrégats
AB	20–45	Frais	Rouge jaunâtre (5YR 5/6)	Nombreux volumes denses >> 2 cm de diamètre, agrégats subanguleux centimétriques, avec une porosité interne assez variable (plus ou moins friables)	Dense, fines à moyennes (1 à 3 mm), répartition moins régulière, horizontales à obliques, inter et intra-agrégats
Bw1	45–100	Frais	Rouge à rouge jaunâtre (2,5 à 5YR 5/6)	Quelques volumes denses de grande taille >> 2 cm et de porosité interne faible, dispersés dans une matrice microagrégée	Homogénéité de taille, fines à très fines (<1 mm à 1 mm), d'orientation verticale, de distribution intra et inter-agrégats
Bw2	100–200	Frais	Rouge (2,5YR 5/7)	Absence de macrostructure	Répartition moins homogène, moins nombreuses, très fines (< 1mm), verticales, inter mais surtout intra-agrégats, présentes jusqu'en profondeur (> 150 cm).

Tableau 6 : Description du profil PAT 2.

Le sol est très peu différencié verticalement. La couleur varie très progressivement avec la profondeur. En surface (0-20 cm), la couleur est brune en raison de la présence de matière organique (**Figure 16 b-c**). La macrostructure est composée d'agrégats polyédriques peu nets de taille moyenne (1 à 10 cm) qui se débitent en agrégats sub-anguleux à arrondis de plus petite taille (< 1 cm). Ces derniers sont constitués de microagrégats arrondis, de taille < 1 mm. En profondeur, la macrostructure est de moins en moins nette, pour finir par être absente à partir de 100 cm de profondeur. En revanche la microstructure devient de plus en plus dominante avec la profondeur. La couleur est quant à elle, de plus en plus rouge en profondeur (5YR 5/6 à 2,5YR 5/7). Les variations de structure et de couleur ont permis de distinguer cinq horizons (A1, A2, AB, Bw1, Bw2) dont les limites sont très peu nettes (**Tableau 6**).

L'horizon A1 (0-5 cm) est principalement constitué par un système racinaire très dense. Le nombre de racines diminue rapidement avec la profondeur, sans pour autant disparaître complètement (**Tableau 6**). La macrofaune est elle aussi très présente (fourmis et termites). Quelques galeries de termites sont présentes, en particulier dans les horizons AB et Bw1. Des volumes sub-millimétriques de texture argileuse et de couleur beige clair à rougeâtre ont été repérés dans le profil (lithoreliques des métasédiments sous-jacents). Des nodules d'oxydes de fer de quelques millimètres de diamètre et des fragments de charbons de bois de taille variable (< 1 mm à quelques centimètres) sont présents dans l'ensemble du profil.

5- Le profil de Ferralsol localisé vers le bas de la pente sous Pâturage (PAT 3)

Ce profil est localisé sous une végétation de *Brachiaria brizantha* semée, en 2000, après un défrichement de la végétation naturelle (Cerradão). Aucune fourmilière, ni termitière épigée n'a été observée à proximité du profil en raison de la forte densité et de la hauteur de la végétation (non pâturée) (**Figure 17 a**).



Figure 17 : Ferralsol localisé sous pâturage (non pâturé) semé en 2000 en bas de pente (profil PAT 3) : a) environnement du profil et b) face échantillonnée avec localisation des prélèvements pour étude en microscopie.

Le sol présente une très faible différenciation verticale. La couleur varie très progressivement avec la profondeur (**Figure 17 b**). En surface (0-20 cm), elle est brune (présence de matière organique) et devient rapidement rouge en profondeur (5YR 4/4 à 2,5YR 4/7). La macrostructure n'est observable qu'en surface. Elle est composée d'agrégats polyédriques très peu nets de taille moyenne (1 à 10 cm) qui se débitent en agrégats sub-anguleux à arrondis de plus petite taille (< 1 cm). Ces derniers sont composés de microagrégats arrondis, de taille < 1 mm. En profondeur, la macrostructure est absente à partir de 40 cm de profondeur et la microstructure domine. Les faibles variations de structure et de couleur ont quand même permis de distinguer quatre horizons (A, AB, Bw1, Bw2) dont les limites sont très diffuses (**Tableau 7**).

Horizons	Profondeurs (en cm)	Humidité	Teinte	Structure	Racines
A	0–20	Frais	Brun rougeâtre (5YR 4/4)	Cohésion due aux racines, faible débit en agrégats pluricentimétriques anguleux qui se débitent en agrégats sub-anguleux < 1 cm, très friable	Très denses (> 50/dm ²), homogénéité de taille moyenne (2 à 5 mm), répartition régulière, horizontales, inter-agrégats
AB	20–40	Sec	Brun rougeâtre (2,5 à 5YR 4/4)	Nombreux volumes denses	Denses (> 50/dm ²), fines à moyennes, répartition assez régulière, obliques, inter-agrégats
Bw1	40–100	Sec	Rouge (2,5YR 4/6)	Très peu de volumes denses	Homogénéité de taille, fines à très fines (<1 à 1 mm), verticales et distribution moins homogène, inter et intra-agrégats
Bw2	100–200	Frais	Rouge (2,5YR 4/7)	Absence de macrostructure	Répartition moins homogène, moins nombreuses, très fines, inter mais surtout intra agrégats, peu nombreuses en profondeur.

Tableau 7 : Description du profil PAT 3.

L'activité biologique est très présente : nous avons distingué de grosses fourmis à la base du profil et des termites vers la surface. Seules quelques sections de galeries de termites ou fourmis ont été observées, en particulier dans les horizons AB et Bw1. Les racines forment un réseau dense en surface puis leur nombre diminue rapidement en profondeur.

Quelques volumes sub-millimétriques, de couleur beige clair à rougeâtre et de texture argileuse, sont présents dans le profil et sont interprétés comme étant des lithoreliques des métasédiments sous-jacents. Des nodules d'oxydes de fer de quelques millimètres de diamètre et des fragments de charbons de bois de tailles variable (< 1 mm à quelques centimètres) sont présents dans l'ensemble du profil.

6- En résumé

De façon générale, les 5 profils de Ferralsols présentent un horizon A (0-20 cm), dont la cohésion est principalement due à la forte densité de racines et dont la couleur plus brune s'explique par la présence de matière organique. L'horizon sous-jacent est un horizon de transition AB (20-50 cm), avec une limite inférieure très peu nette. Il est beaucoup plus dense que le reste du profil et la répartition des racines est moins homogène que dans l'horizon supérieur. Nous avons observé des volumes sub-anguleux de taille centimétrique, qui se débitent en volumes denses sub-anguleux, à faces poly-convexes, de taille < 1 cm. L'horizon Bw1 (50-100 cm), se distingue des horizons supérieurs par la présence de quelques volumes denses répartis dans une matrice micro-agrégée. Enfin, l'horizon Bw2 (100->200 cm), ne présente pas ou peu de volumes denses dans une matrice microagregée.

Dans les profils on remarque de nombreuses galeries, chambres de termitières et fourmilières. Cependant, il semble que les fourmis soient plus présentes sous Cerradão que sous pâturage. Aucun ver de terre n'a été observé lors de la campagne d'échantillonnage.

IV- Conclusion

Les sols sélectionnés pour notre étude présentent les caractéristiques morphologiques des Ferralsols telles qu'elles ont été définies par le Groupe de Travail de l'Association Internationale de Science du Sol (ISSS Working Group RB, 1998 ; Driessen, et al., 2001). Ils présentent des horizons A et B peu différenciés et un important gradient de développement de microstructure en fonction de la profondeur. Des différences de structure ont aussi été notées dans les premiers décimètres entre les cinq sols étudiés.

Chapitre III - Caractéristiques de la phase minérale

I- Introduction

Le comportement d'un sol est lié à la distribution de taille de ses constituants minéraux (granulométrie) et à sa minéralogie. Les Ferralsols ont une composition minéralogique comprenant principalement de la kaolinite, du quartz, des oxy-hydroxydes de fer et d'aluminium (hématite, goëthite, gibbsite) (e.g. FAO/UNESCO, 1974 ; van Wambeke, 1974 ; Balbino et al., 2002a). Cette minéralogie varie selon les Ferralsols en particulier selon la nature et la proximité de la roche sous jacente. De telles variations peuvent entraîner des différences importantes de propriétés du sol. Il convient par conséquent d'analyser la composition granulométrique des Ferralsols sélectionnés et d'en préciser la composition minéralogique.

II- Matériels et Méthodes

1- Analyse granulométrique

L'analyse granulométrique consiste en la dispersion des particules minérales d'un échantillon de sol et en la stabilisation de cet état dispersé dans des conditions bien définies. Après destruction des agrégats par ajout d'hexamétaphosphate de sodium et de NaOH 1N, les différentes classes de particules ont été séparées par sédimentation pour les fractions fines ($< 50\mu\text{m}$) et par tamisage pour les fractions de taille supérieure. Les fractions fines ont été prélevées par la méthode de la pipette de Robinson : prélèvement à une hauteur de liquide donnée, à des temps t échelonnés, d'un petit volume connu de la suspension. Pour chaque prélèvement, on pèse le résidu solide après évaporation du liquide. Le protocole expérimental est décrit en annexe (**Annexe 3**).

Pour les 5 profils de Ferralsol étudiés (CER 1, CER 2, PAT 1, PAT 2 et PAT 3), la composition granulométrique a été déterminée pour des tranches de sol de 10 cm d'épaisseur, depuis la surface jusqu'à 160 cm de profondeur. Après avoir retiré les racines manuellement, les échantillons de sols ont été séchés à l'air ambiant et légèrement broyés entre les doigts pour que l'ensemble de l'échantillon passe au travers du tamis de 2 mm. Les fractions argile ($< 2\mu\text{m}$), limons fins (2-20 μm), limons grossiers (20-50 μm), sables fins (50-200 μm) et sables grossiers (0,2-2 mm) ont ainsi été déterminées lors de cette analyse.

2- Capacité d'échange cationique (CEC)

Des analyses de capacité d'échange cationique (CEC) et de cations échangeables ont été réalisées au laboratoire d'Analyse de Sols de l'INRA à Arras, à l'aide de la méthode à la cobaltihexamine (Cieisielski et Sterckeman, 1997). La CEC a été mesurée par spectrophotométrie (NF X 31-130) et les cations échangeables par ICP-AES (méthode INRA). Pour les 5 profils de sol (CER 1, CER 2, PAT 1, PAT 2 et PAT 3), 4 échantillons de terre fine (< 2 mm) correspondant aux profondeurs 0-10, 30-40, 80-90 et 150-160 cm ont été analysés.

3- Diffraction des rayons X

La diffraction des rayons X permet de déterminer la structure cristalline des minéraux et de caractériser les différentes phases minérales présentes dans les échantillons. Le faisceau de rayons X est diffracté sur un réseau de plans cristallins selon la loi de Bragg :

$$2 d \sin\theta = n \lambda$$

où : d = distance entre deux feuillets (réticulaire)

θ = angle entre le faisceau incident et les plans réticulaires

n = ordre de la diffraction

λ = longueur d'onde de la source (cuivre ou cobalt)

Connaissant les angles θ , on peut estimer les distances réticulaires d du réseau cristallin. Pour identifier un minéral, on utilise ses raies principales.

Pour les 5 profils de sol, 2 échantillons prélevés entre 30-40 cm et 150-160 cm de profondeur, ont été analysés à l'aide d'un diffractomètre INEL RG 3000 équipé d'un détecteur courbe INEL CPS 120 et d'un tube à anticathode Co. Les échantillons (terre fine < 2 mm, séché à l'air) ont été broyés à l'aide d'un mortier en agate. La poudre obtenue a ensuite été introduite dans la nacelle de l'appareil.

Afin de préciser la nature des minéraux argileux présents, la fraction < 2 μ m extraite a été analysée après avoir réalisé un dépôt orienté. Pour chacun des 5 profils, 3 échantillons correspondant aux profondeurs 0-10, 30-40 et 150-160 cm, ont été analysés. La fraction inférieure à 2 μ m, une fois extraite (par sédimentation), est déposée sur une lame de verre

lisse, puis lentement évaporée sous hotte aspirante, à l'abri de la poussière. L'orientation de la préparation est alors obtenue naturellement, par sédimentation des particules qui se posent à plat sur la lame de verre (Holtzapffel, 1985). Les échantillons ont été analysés à l'aide d'un diffractomètre à rayons X horizontal de type RIGAKU série D/max-2000 équipé d'une source de rayon X à anticathode Cu.

Afin d'analyser finement les phases minérales et de détecter la présence d'éventuels minéraux argileux gonflants, la fraction " $< 2\mu\text{m}$ " de deux échantillons de sol correspondant à l'horizon 150-160 cm des profils CER 1 et PAT 2, a fait l'objet d'un échange au préalable avec NaCl. Cependant, la fraction surnageante correspondant à l'échantillon purifié à analyser qui se forme normalement lors de cet échange, ne s'est pas formée lors de nos essais. Malgré cela, les deux échantillons résiduels ont été séchés, broyés et mis dans un capillaire en verre de 0,5 mm de diamètre afin d'être analysés à l'aide d'un diffractomètre INEL équipé d'un tube à anticathode Co et d'un détecteur courbe INEL CPS 120.

4- Microscopie électronique en transmission (MET)

L'appareil utilisé est un Microscope Electronique en Transmission de marque Philips (de type CM 20) à haute résolution (0,14 nm)¹. La tension d'accélération est de 200 kV et la source d'émission est de type LaB₆. Des analyses chimiques sont possibles grâce à un détecteur de type EDX.

Des dépôts orientés ont été réalisés à partir d'échantillons séchés à l'air après les avoir prélevé à 150-160 cm de profondeur et pour les profils de sol CER 1 et PAT 2. Les échantillons ont été broyés dans un mortier en agate, puis dispersés dans l'éthanol par ultra-son. Quelques gouttes ont ensuite été déposées sur des socles de résine acrylique polymérisée². Les préparations ont été séchées à l'étuve à 60 °C pendant quelques heures puis recouvertes de résine. Des coupes ultra-minces de 50 nm d'épaisseur ont été réalisées grâce à un ultramicrotome. Enfin, les coupes ultra-minces ont été déposées sur une grille de microscopie (de type LC 200 CU LACEY CARBON) pour l'observation.

¹ Les observations ont été réalisées par Christian Clinard au Centre de Recherche de la Matière Divisée (CRMD).

² La résine est de type LR white. Elle est très fluide, polymérise à froid avec accélérateur ce qui permet les dépôts à plat et ne réagit pas sous le faisceau du MET. Les préparations ont été réalisées par Thomas Cacciaguerra au CRMD.

Quelques microagrégats de taille $< 1\text{mm}$, provenant d'un échantillon du profil PAT 2 prélevé entre 150-160 cm de profondeur, ont été déposés sur un socle de résine² et recouverts de résine. Les préparations ont été découpées au microtome et observées au MET.

IV- Résultats discussion

1- Granulométrie

Les résultats de l'analyse granulométrique sont représentés par la **figure 18** et par le tableau des moyennes (**Tableau 8**). Le tableau complet des résultats de la granulométrie est en annexe (**Annexe 3**).

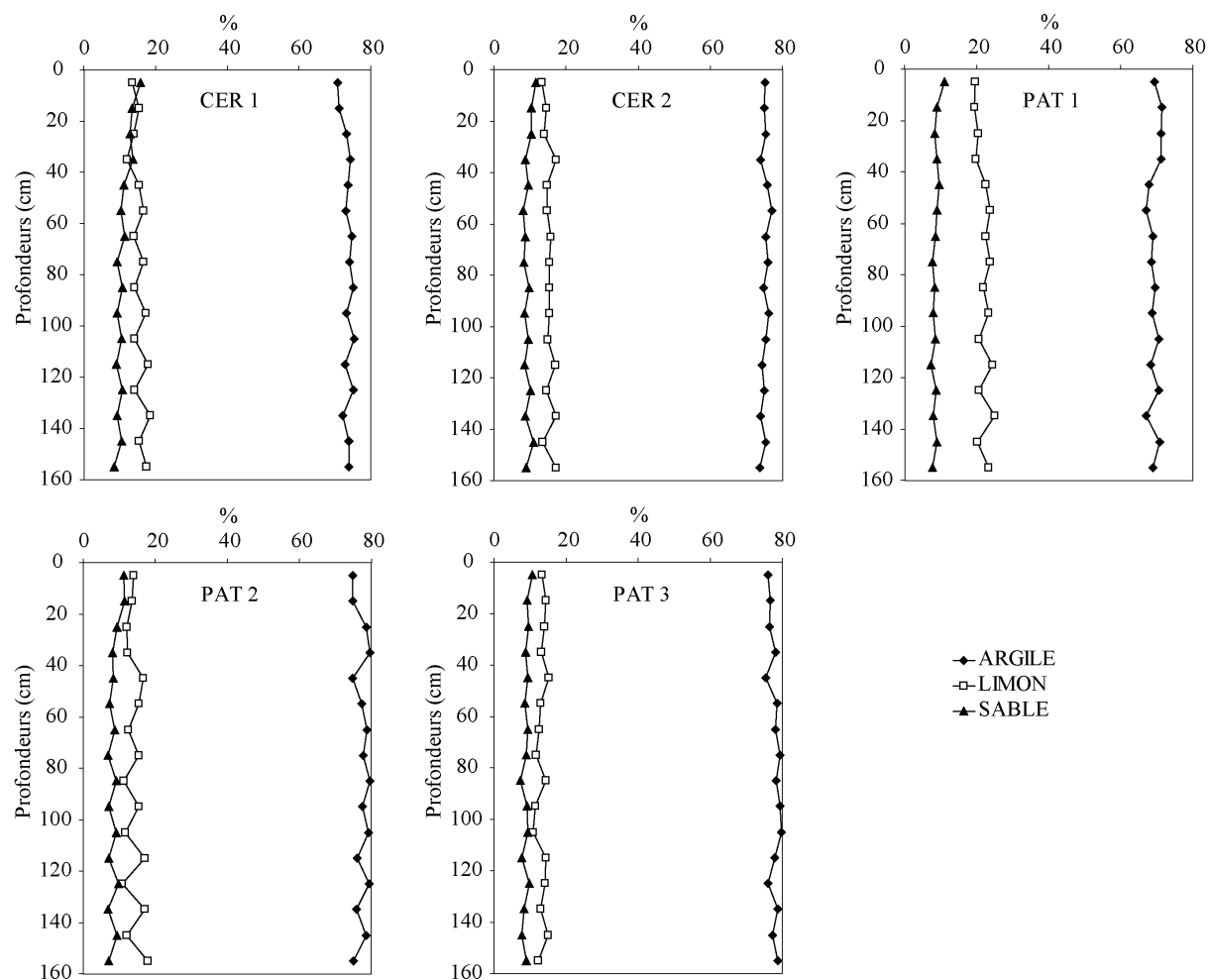


Figure 18 : Résultats des analyses granulométriques pour les 5 profils de sol étudiés : représentation des fractions argile ($< 2\ \mu\text{m}$), limon ($2\ \text{à}\ 50\ \mu\text{m}$) et sable ($> 50\ \mu\text{m}$).

		Profils de sol				
		CER 1	CER 2	PAT 1	PAT 2	PAT 3
Teneur en argile %	Moyenne	73,6	75,2	69,4	77,3	77,8
	<i>Ecart-type</i>	1,3	0,9	1,5	1,8	1,3
Teneur en limon %	Moyenne	15,4	15,3	22,0	14,1	13,3
	<i>Ecart-type</i>	1,9	1,3	1,9	2,4	1,3
Teneur en sable %	Moyenne	11,0	9,4	8,6	8,6	8,9
	<i>Ecart-type</i>	2,0	1,0	0,9	1,5	0,8

Tableau 8 : Composition granulométrique (moyennes et écart-type (ET)) pour les 5 profils de sol étudiés (en %). Les résultats détaillés sont présents en **annexe 3**.

Les Ferralsols étudiés montrent une prédominance très nette de la fraction argileuse ($< 2\mu\text{m}$) par rapport aux fractions plus grossières. La fraction argileuse représente entre 67,2 et 79,8 % du sol total. Les Ferralsols peuvent donc être qualifiés d'argileux (clayey Ferralsols). Les fractions limon (2 à $50\mu\text{m}$) et sable ($> 50\mu\text{m}$) sont présentes en quantités presque similaires avec toutefois une légère prédominance des limons (10,8 à 24,9 %) par rapport aux sables (6,9 à 15,8 %).

Lorsqu'on s'intéresse aux variations de ces trois fractions en fonction de la profondeur, on remarque qu'il n'y a pas ou très peu de variations significatives (**Figure 18**). Les proportions restent constantes de la surface jusqu'à 160 cm de profondeur. Ainsi, les valeurs moyennes pour chaque profil, qui figurent dans le **tableau 8**, sont bien représentatives du profil.

Si l'on compare maintenant les profils entre eux, on remarque que seul le profil PAT 1 se différencie des autres par sa faible teneur en fraction $< 2\mu\text{m}$ (69 % en moyenne) et sa plus forte teneur en limon (22 % en moyenne) (**Figure 18, Tableau 8**).

2- Composition chimique

Une rapide analyse de la composition chimique des profils PAT 1, PAT 5 et CER 1 a été réalisée lors de notre étude (**Annexe 3**). Ainsi, le profil PAT 1 aurait une plus forte teneur en SiO_2 (51,1 %) que les profils CER 1 (44,6 %) et PAT 3 (44,6 %). De même, ce profil PAT 1 contiendrait moins de Al_2O_3 et plus de MgO et K_2O que les deux autres profils.

Ceci nous laisse penser que la composition minéralogique des 5 profils étudiés peut présenter quelques différences entre les profils, du moins en ce qui concerne le profil PAT 1 par rapport

aux autres. Des analyses en diffraction X ont été effectuées dans le but de confirmer ou non cette hypothèse.

3- Diffraction des rayons X

a- Diagrammes de poudre : sol total

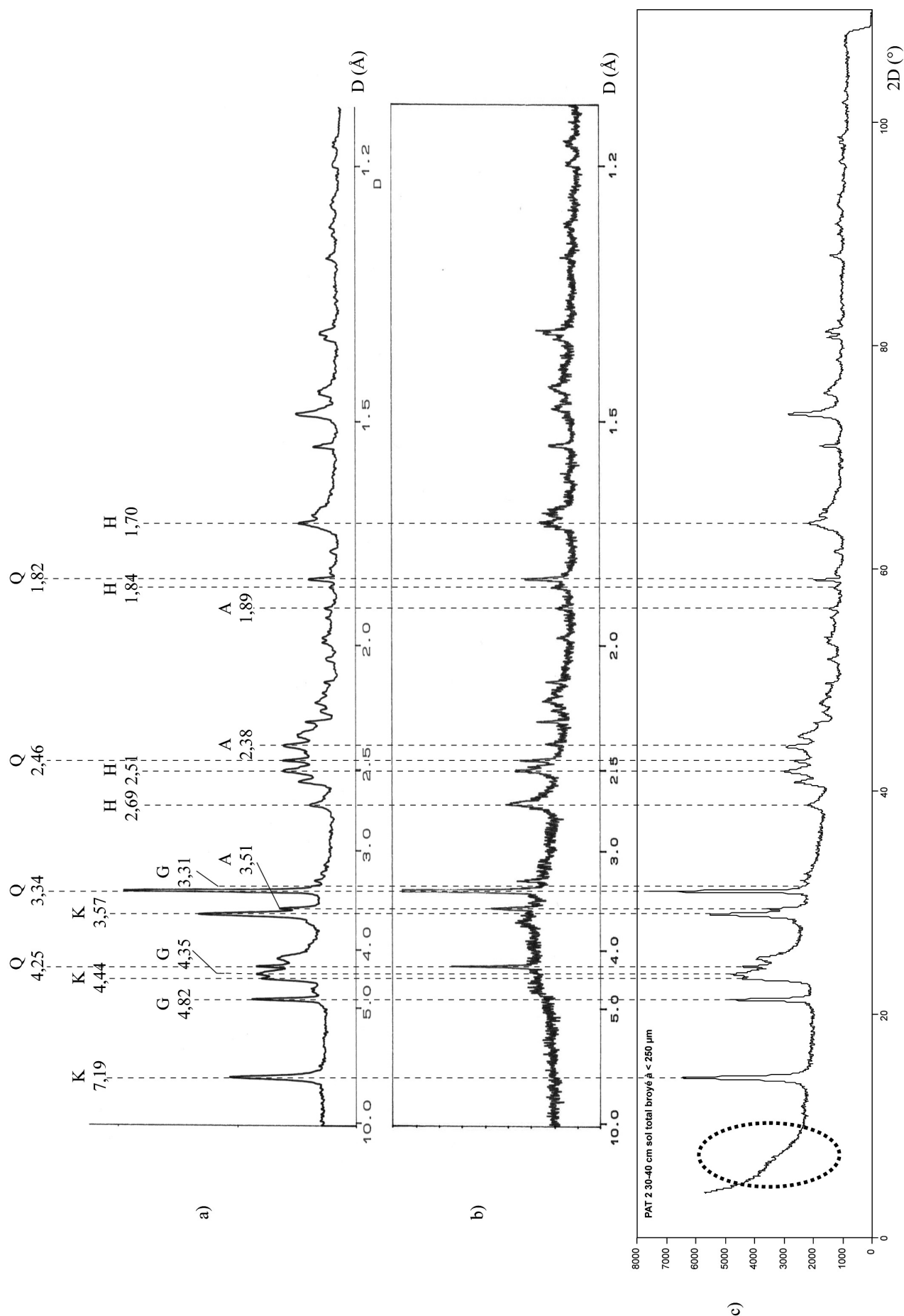
Les principaux minéraux identifiés à partir du spectre de diffraction X (**Figure 19a**) sont :

- Le **quartz** dont les raies principales sont 3,34 Å (plan *101*), 4,25 Å (plan *100*), 1,82 Å (plan *112*), 2,46 Å (plan *110*) ;
- La **kaolinite** dont les raies principales sont 3,57 Å (plan *002*), 7,19 Å (plan *001*) et 4,44 Å (plan *110*) et qui disparaissent après avoir chauffé l'échantillon à 500 °C (**Figure 19b**) ;
- L'**hématite** dont les raies principales sont 2,69 Å (plan *104*), 2,51 Å (plan *110*), 1,70 Å (plan *116*) et 1,84 Å (plan *024*) ;
- La **gibbsite** dont les raies principales sont 4,82 Å (plan *002*), 4,35 Å (plan *110*) et 3,31 Å (plan *112*) ;
- L'**anatase** dont les raies principales sont 3,51 Å (plan *101*), 2,38 Å (plan *004*) et 1,89 Å (plan *200*).

La goëthite est difficile à différencier de l'hématite pour un mélange avec du quartz et/ou kaolinite et/ou gibbsite si elle ne représente pas plus de 10 % de l'échantillon, selon Eschenbrenner (1988). Ses raies principales sont 4,18 Å (plan *110*), 2,69 Å (plan *130*) et 2,45 Å (plan *111*). On peut deviner sa présence du fait de la teinte un peu jaunâtre des sols, mais elle n'est pas détectée au diffractomètre.

De même, sur le spectre de la **figure 19c**, un doute subsiste quant à la présence de minéraux de type 2 : 1 en raison de la présence possible d'une réflexion *001*, large et de faible intensité (léger bombement) au niveau des petits angles. Le diffractomètre utilisé pour l'analyse de poudre n'est pas conçu pour des études dans cette région angulaire. L'échange avec NaCl ainsi que la méthode d'analyse de dépôts orientés de la fraction < 2 µm à l'aide d'un diffractomètre plus précis au niveau des petits angles, devraient permettre de conclure.

Figure 19 : (page suivante) Spectres de diffraction des rayons X, pour l'échantillon total PAT 2 30-40 cm, obtenus sur un diffractomètre INEL a) diagramme de poudre à température ambiante, b) diagramme de poudre d'un échantillon chauffé au préalable à 500 °C, obtenu sur le même appareil que pour a), c) diagramme de poudre obtenu au diffractomètre en capillaire, plus précis au niveau des petits angles, permettant de mettre en évidence, un léger bombement (cerclé en pointillés). Les raies principales des minéraux identifiés sont notées par les lettres Q : quartz, K : kaolinite, H : hématite, G : gibbsite, A : anatase.



b- Diagramme de poudre : fraction < 2 μm

L'essai d'échange avec NaCl avait pour objectif de purifier la phase argileuse Or, l'absence de fraction surnageante lors de l'échange signifie qu'il n'y a pas ou très peu de minéraux argileux gonflants dans les Ferralsols analysés. Les diagrammes obtenus pour les échantillons résiduels se superposent parfaitement avec les spectres des échantillons de la fraction de sol < 2 μm.

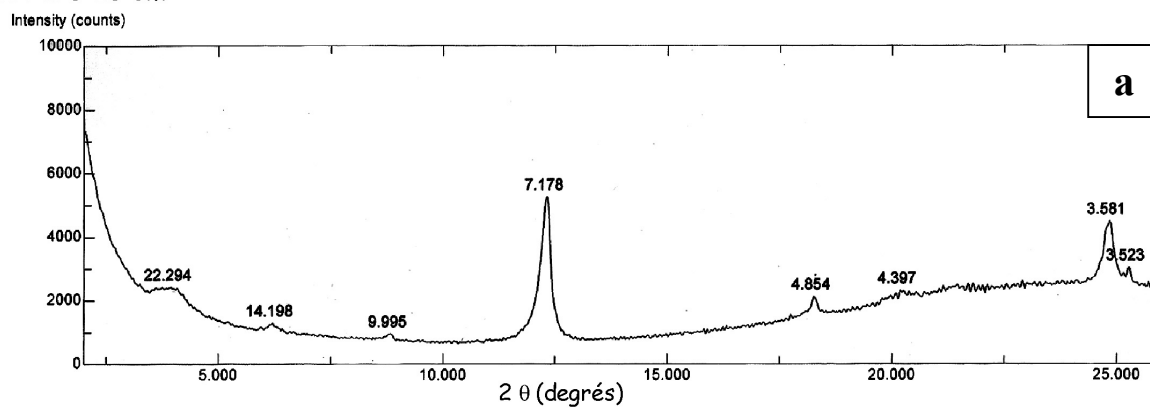
c- Dépôts orientés : fraction < 2 μm

Pour cette étude, nous nous intéresserons uniquement à la partie du diagramme qui correspond aux angles $2\theta > 5^\circ$. En effet, en dessous de cette valeur, on se situe en limite de détection de l'appareil. Ainsi, les pics et bombements observés dans cette région angulaire (pour des raies d'environ 20 Å) sont difficilement interprétables et peuvent représenter des artefacts dus à l'appareil.

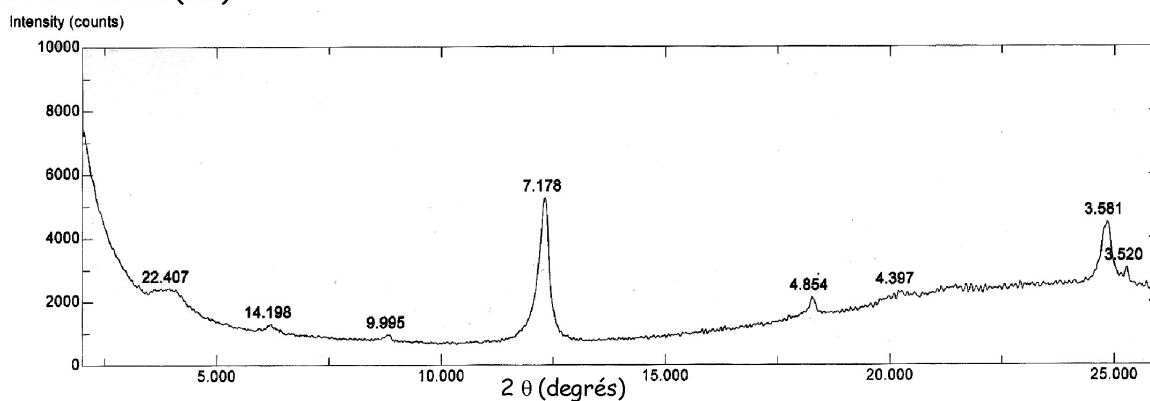
L'analyse des dépôts orientés (**Figure 20**) confirme la présence de kaolinite, d'hématite-gœthite et de gibbsite et révèle aussi la présence :

- de phyllosilicates 2:1, en raison de la présence d'une raie entre 14,15 et 14,43 Å ;
- et de phyllosilicates non gonflants, en raison de la présence d'une raie entre 9,99 et 10,13 Å. C'est particulièrement net pour les échantillons issus du profil PAT 1.

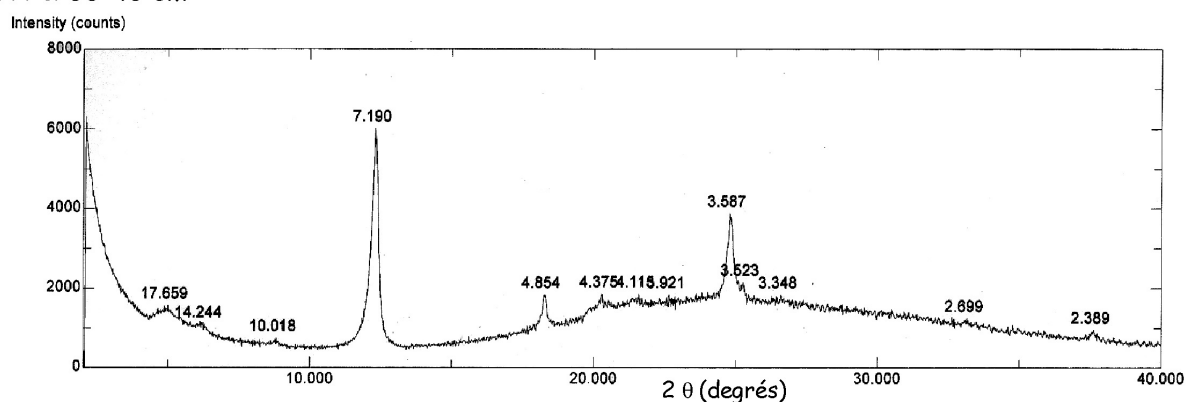
PAT 2 0-10 cm



PAT 2 0-10 cm (bis)



PAT 2 30-40 cm



PAT 2 150-160 cm

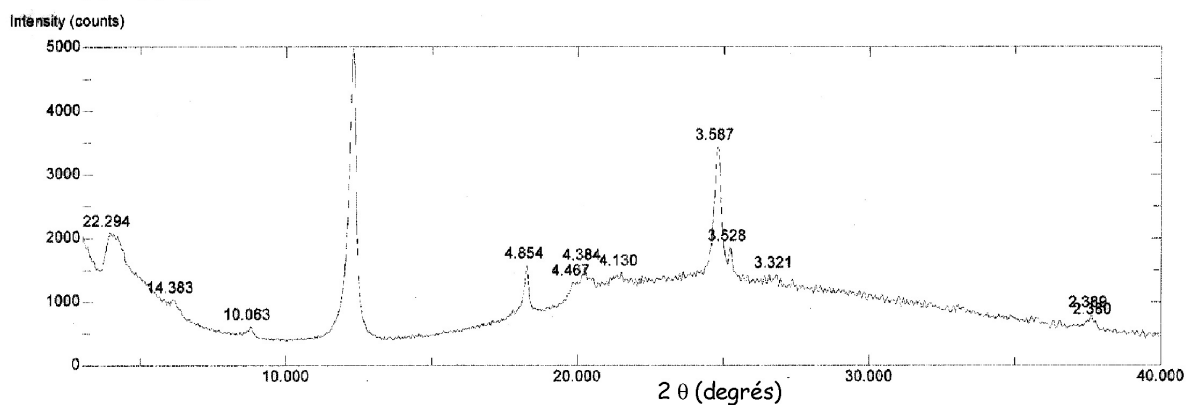
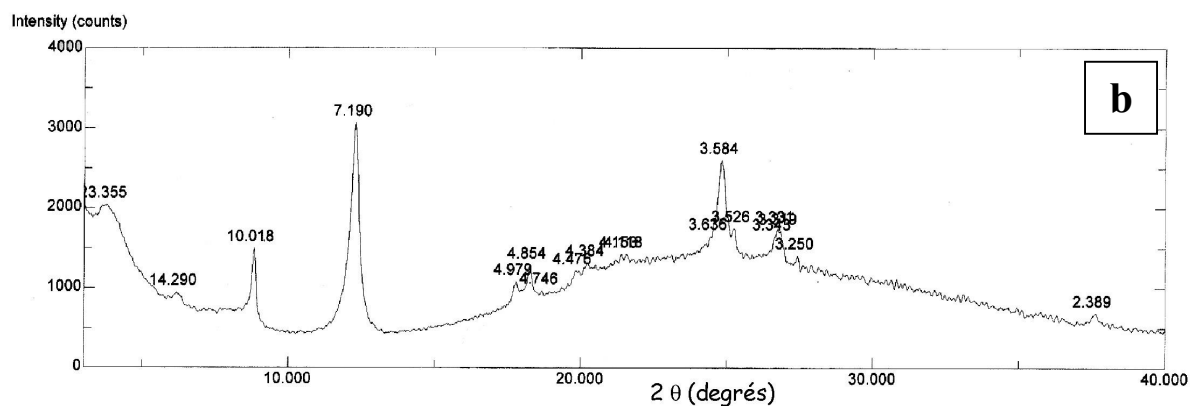
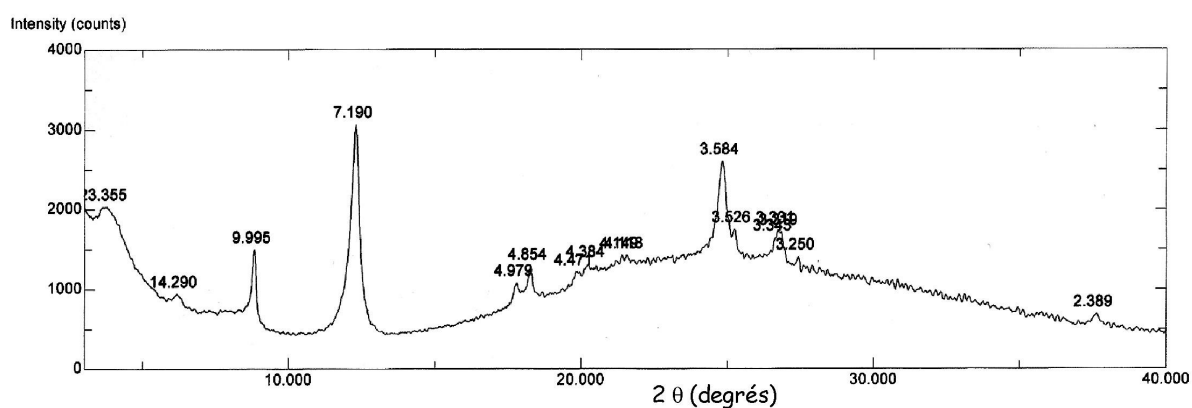


Figure 20 a : Diagramme de diffraction des rayons X des dépôts orientés pour 3 échantillons (0-10, 30-40 et 150-160 cm de profondeur) collectés dans les profils PAT 2.

PAT 1 0-10 cm



PAT 1 30-40 cm



PAT 1 150-160 cm

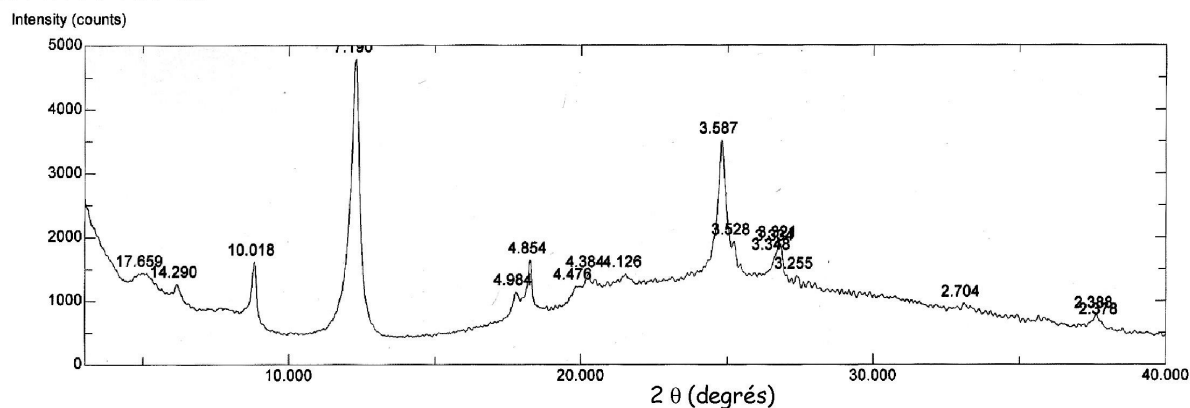


Figure 20 b : Diagramme de diffraction des rayons X des dépôts orientés pour 3 échantillons (0-10, 30-40 et 150-160 cm de profondeur) collectés dans les profils PAT 2 (a) et PAT 1 (b).

4- Microscopie électronique en transmission (MET)

Sur la photo représentant l'assemblage des particules d'un microagrégat du profil PAT 2 (**Figure 21**), il nous apparaît un ensemble de particules sans organisation notable. Cependant, on peut remarquer des particules dont la forme en plaquette pseudo-hexagonale, de 50 à

200 nm de diamètre, sans feuillet visible, permettant de penser qu'il s'agirait pour l'essentiel de particules de kaolinite. De même, des particules plus rectangulaires avec des feuillets bien visibles ont été observées et pourraient correspondre à ces mêmes minéraux argileux, mais positionnés perpendiculairement aux précédents. De plus, des amas granulaires constitués de particules plus opaques, très instables sous le faisceau, d'environ 10 nm de diamètre, ont également été distingués et pourraient quant à eux correspondre aux oxy-hydroxydes de fer et d'aluminium, très présents dans les Ferralsols.

Après des observations plus minutieuses des clichés obtenus au MET, nous avons pu identifier :

Des particules dont la distance inter-foliaire est de 7,13 Å (**Figures 22a et b**). Il s'agirait de kaolinites (dont la plus grande extension des feuillets est de 50 à 200 nm pour le profil PAT 2 et de 100 à 250 nm pour le profil CER 1).

Des particules isolées dont la distance inter-foliaire est d'environ 9,21 à 12,18 Å (**Figures 23a et b**). Il s'agirait probablement de minéraux de type 2:1.

Des particules petites et plus opaques, dont les distances inter-foliaires sont très petites (3,57 et 3,53 Å) (**Figures 24a et b**). Elles correspondraient à l'ensemble des oxydes et hydroxydes très présents dans les Ferralsols, mais difficilement identifiables à partir des clichés obtenus.

Des particules plus complexes avec des distances inter-foliaires très variables au sein d'une même particule (6-7 à 9-13 Å) (**Figures 25a et b**). Ces particules pourraient correspondre à des kaolinites ayant subi une deshydroxylation lors du métamorphisme par exemple (Dion, 1994), dans ce cas, les particules seraient de nature héritée (provenant de la roche-mère constituée de métasédiments c.f. Chapitres 1 et 2). Une autre possibilité consiste en des kaolinites interstratifiées, là encore elles seraient de nature héritée (Dixon, 1977).

Selon Eschenbrenner (1987), la gibbsite se présente le plus souvent en cristaux automorphes dont les deux principaux faciès sont en prismes à section pseudo-hexagonale ou pseudo-rhomboédrique, et en plaquettes pseudo-hexagonales, morphologiquement très semblables à certains faciès de la kaolinite. Ainsi, la gibbsite est un minéral difficilement identifiable par simple observation microscopique, en particulier lorsqu'elle est en présence de kaolinite. Dans ce cas, la diffractométrie X permet de confirmer ou non la présence de ce minéral.

Les observations effectuées en microscopie électronique en transmission (MET) nous ont permis de préciser la nature et les caractéristiques des minéraux présents.

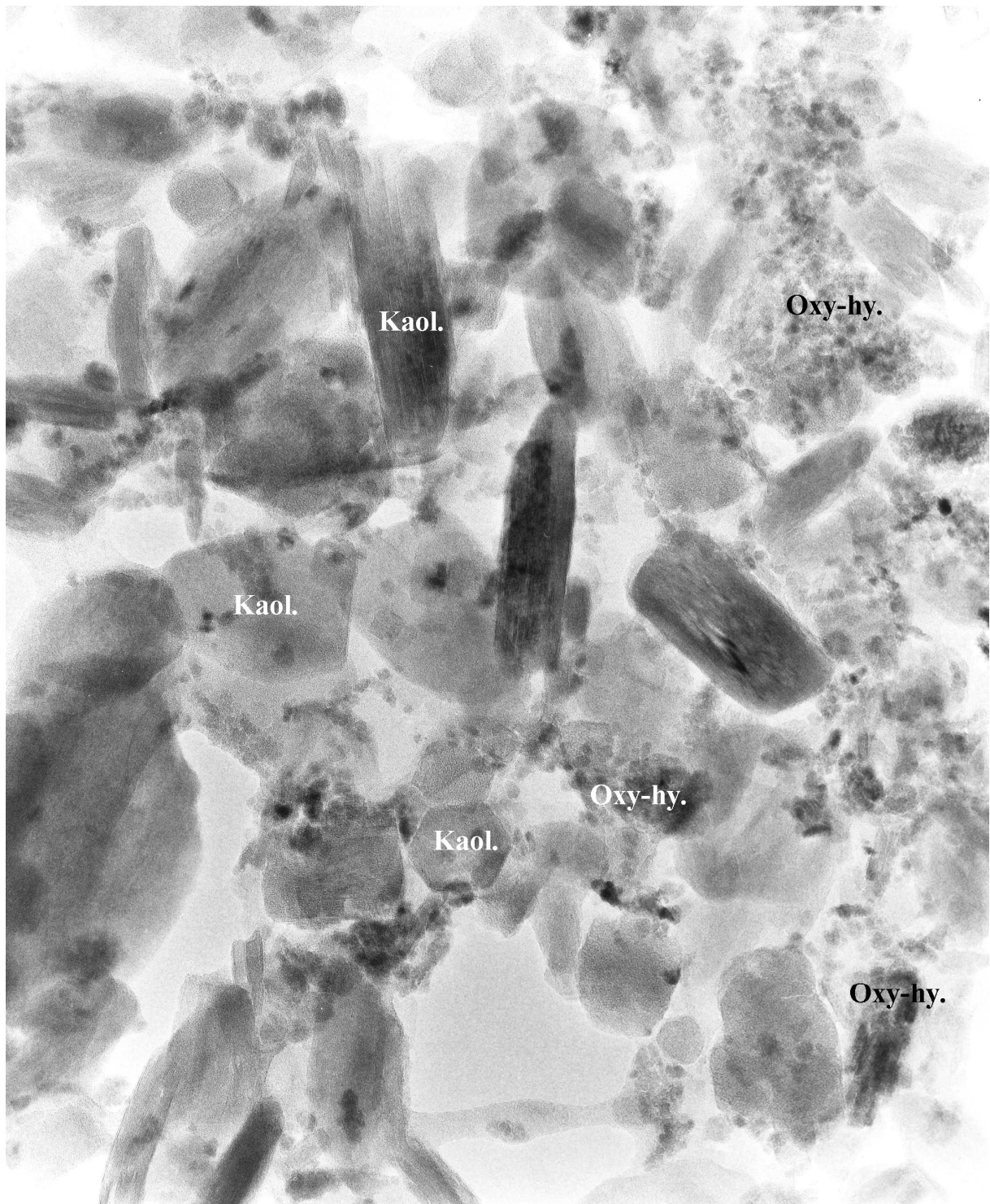


Figure 21 : Observation en microscopie électronique à transmission de l'assemblage de particules d'un microagrégat inclus dans la résine pour l'observation (profil PAT 2, 150-160 cm). Kaol : kaolinites, Oxy-hy : oxy-hydroxydes de fer et d'aluminium (Cliché C. Clinard).

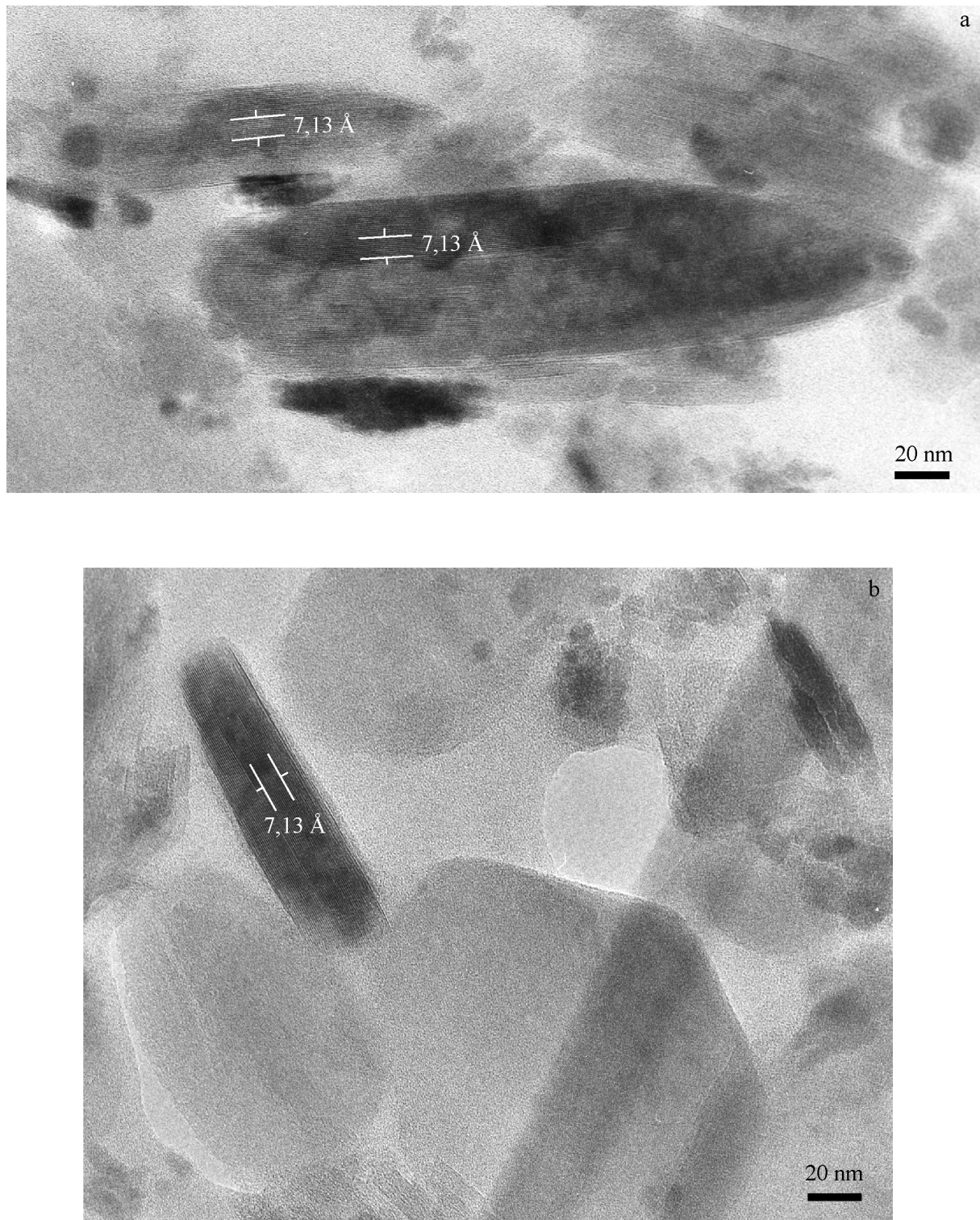


Figure 22 : Particules de kaolinite observées en microscopie électronique à transmission sur dépôts orientés (les valeurs exprimées en Å représentent les distances inter-foliaires mesurées dans le domaine indiqué par des barres parallèles) : a) particules de kaolinite sur la tranche (échantillon CER 1 150-160 cm), b) particule de kaolinite à plat de forme pseudo hexagonale et particule de kaolinite sur la tranche (échantillon PAT 2 150-160 cm) (Clichés C. Clinard).

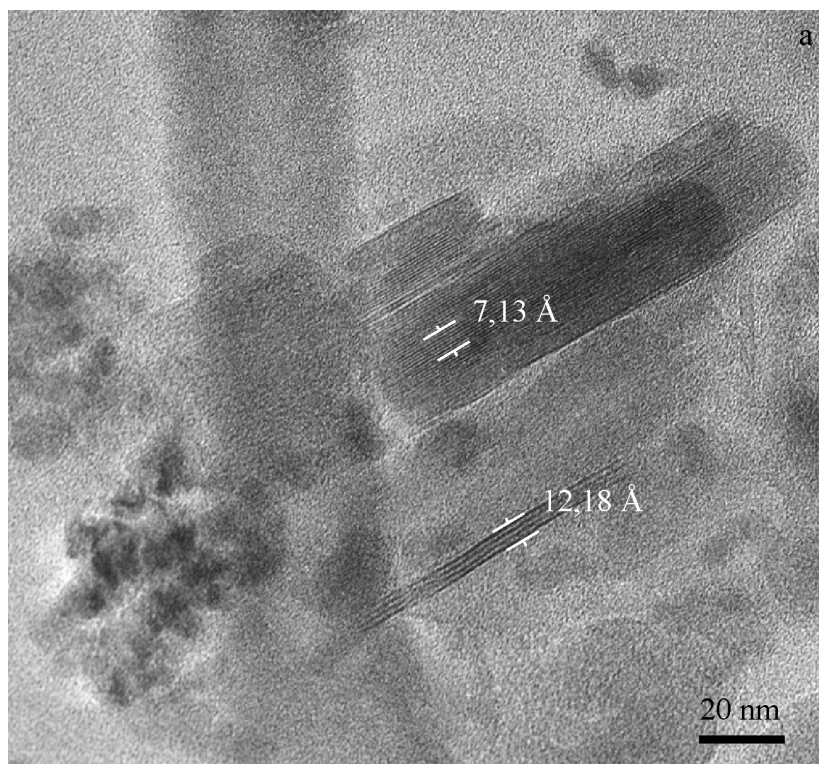


Figure 23 : Exemple de particules généralement isolées, observées en microscopie électronique à transmission : a) particules dont les feuillets bien visibles montrent une distance inter-foliaire de 12,18 Å (échantillon orienté CER 1 150-160 cm), b) particule dont les feuillets, bien visibles et légèrement plissés, ont des distances comprises entre 9,21 et 10,11 Å les uns des autres (microagrégat inclus, PAT 2 150-160 cm) (Clichés C. Clinard).

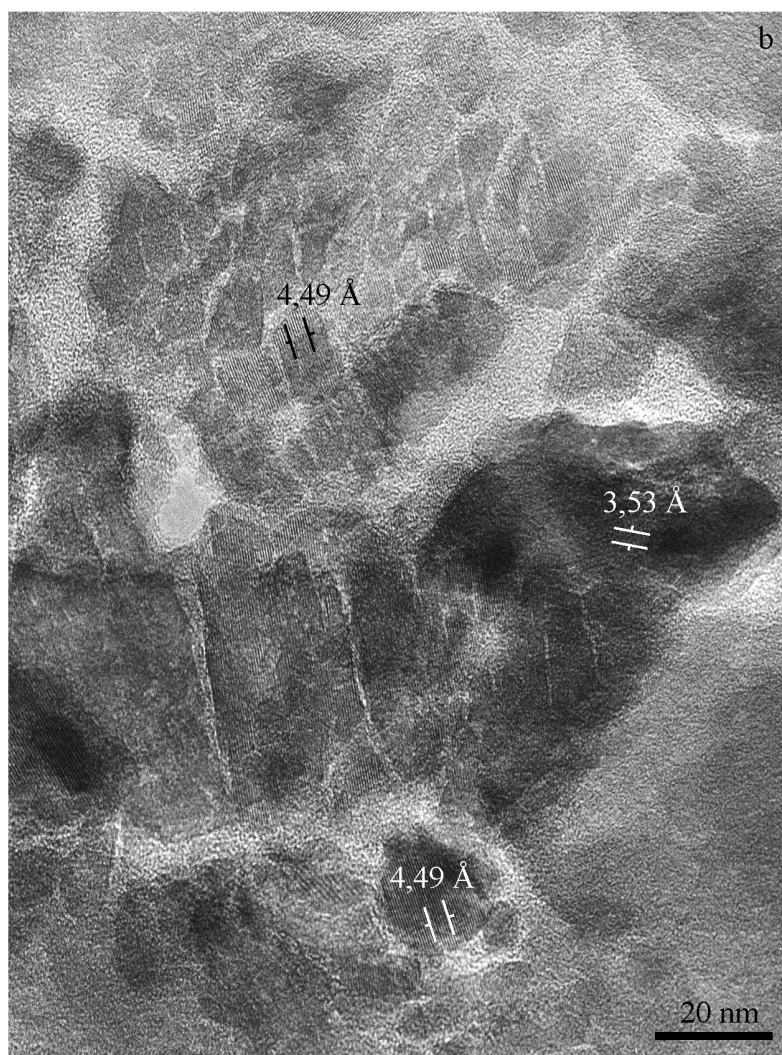
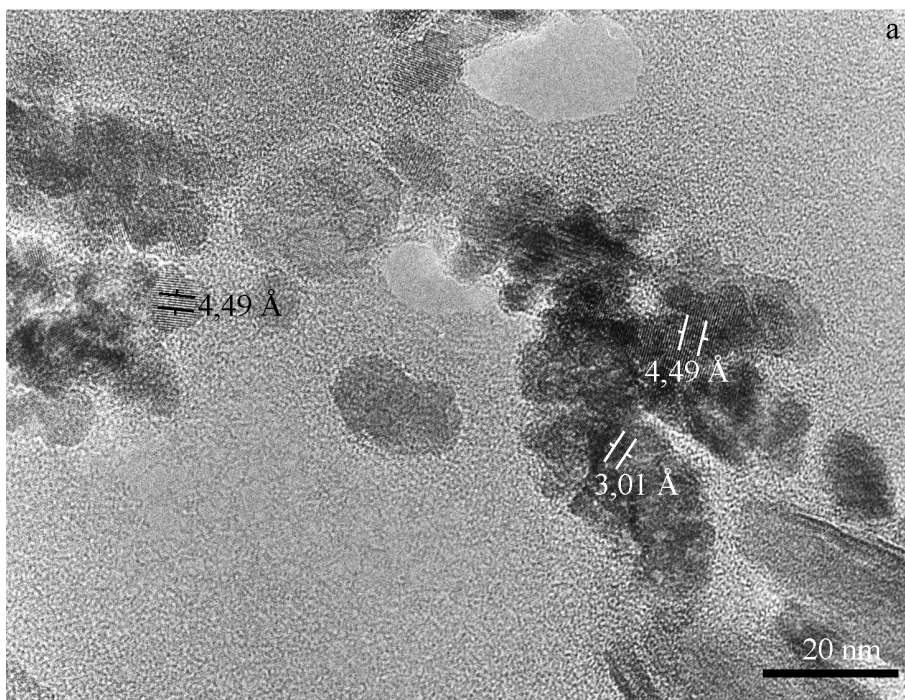


Figure 24 : Exemple de particules granulaires denses observées en microscopie électronique à transmission dans un microagrégat inclus (PAT 2 150-160 cm) : a) particules dont les feuillets très fins et peu visibles montrent des distances inter-foliaires de 4,49 et 3,01 Å, b) particules de formes plus complexes et peu stables sous le faisceau du microscope, dont les feuillets fins et peu visibles ont des distances de 4,49 et 3,53 Å les uns des autres (Clichés C. Clinard).



Figure 25 : Exemple de particules complexes observées en microscopie électronique à transmission dans un microagrégat inclu (PAT 2 150-160 cm) : a) en haut, particule de kaolinite rectangulaire sur la tranche dont la distance mesurée entre les feuillets est de $7,13 \text{ \AA}$, en bas, particule rectangulaire hétérogène constituée au cœur par des feuillets distants de $13,38 \text{ \AA}$ et en périphérie par des feuillets distants de $6,91 \text{ \AA}$, b) à gauche, particule de kaolinite pseudo-rectangulaire, à droite, particule hétérogène constituée au cœur par des feuillets distants de $13,08 \text{ \AA}$ et en périphérie par des feuillets distants de moins de 7 \AA (Clichés C. Clinard).

5- La capacité d'échange cationique

Les valeurs de capacité d'échange cationique (CEC) et de cations échangeables, exprimés en $\text{cmol}_c.\text{kg}^{-1}$ sont représentées dans le **tableau 9**. Les valeurs de capacité d'échange cationique (CEC) plus élevées en surface (0-10 cm) sont liées à la teneur en matière organique plus élevée dans ces horizons. Pour les horizons de faible teneur en carbone organique, comme c'est le cas dans les horizons profonds, on peut considérer que la capacité d'échange cationique est essentiellement due aux minéraux argileux. Si l'on rapporte alors la CEC à la fraction $< 2 \mu\text{m}$, on obtient la $\text{CEC}_{\text{argile}}$ (en cmol^+/kg de fraction $< 2 \mu\text{m}$) (**Tableau 9**). Les faibles valeurs de $\text{CEC}_{\text{argile}}$, 3,3 à 4,8 cmol^+/kg de fraction $< 2 \mu\text{m}$, sont caractéristiques des horizons ferrallitiques riches en kaolinite (ISSS Working Group R.B., 1998). De faibles $\text{CEC}_{\text{argile}}$ ont également été mesurées dans des Ferralsols brésiliens (e.g. De Brito Galvão & Schulze, 1996 ; Koutika et al., 1997 ; Klamt et Reeuwijk, 2000).

Aucune différence significative n'a été observée entre les sols sous végétation naturelle (Cerradão) et ceux sous pâturage. On remarque tout de même une légère différence pour le profil PAT 1, qui présente des CEC un peu plus élevées que les autres profils.

Echantillons	profondeur (cm)	CEC (cmol^+/kg)	Cations échangeables (cmol^+/kg)					Somme des cations	$\text{CEC}_{\text{argile}}$
			Ca^{2+}	Mg^{2+}	K^+	Na^{2+}	Al^{3+}		
CER 1	0-10	3,7	0,14	0,45	0,14	0,02	1,26	2,01	5,2
	30-40	2,5	0,04	0,10	0,05	0,02	0,93	1,14	3,4
	80-90	2,5	$< 0,01$	0,02	0,03	0,01	0,40	0,46	3,3
	150-160	2,8	0,01	0,02	0,02	0,03	0,14	0,22	3,8
CER 2	0-10	4,2	0,05	0,17	0,14	0,03	2,39	2,78	5,6
	30-40	3,5	$< 0,01$	0,04	0,07	0,02	1,76	1,89	4,4
	80-90	2,7	$< 0,01$	0,01	$< 0,02$	0,01	1,08	1,10	3,4
	150-160	2,9	$< 0,01$	0,03	$< 0,02$	0,02	0,52	0,57	3,9
PAT 1	0-10	8,4	3,47	2,73	0,24	0,01	0,04	6,49	11,2
	30-40	3,5	0,21	0,22	0,07	0,01	1,22	1,73	4,7
	80-90	3,1	0,09	0,14	0,06	0,01	0,82	1,12	4,1
	150-160	3,3	$< 0,01$	0,03	0,07	0,02	0,69	0,81	4,5
PAT 2	0-10	4,2	0,89	0,55	0,13	0,02	0,86	2,45	6,1
	30-40	3,1	0,25	0,10	0,03	0,02	0,77	1,17	4,3
	80-90	2,9	0,16	0,04	$< 0,02$	0,01	0,24	0,45	4,2
	150-160	2,9	0,28	0,08	$< 0,02$	0,02	0,11	0,49	4,2
PAT 3	0-10	4	0,69	0,59	0,24	0,02	0,91	2,45	5,3
	30-40	3,1	0,05	0,07	0,05	0,02	1,13	1,32	4,0
	80-90	2,9	$< 0,01$	0,15	0,04	0,01	0,55	0,75	3,7
	150-160	2,6	$< 0,01$	0,04	$< 0,02$	0,02	0,34	0,40	3,3

Tableau 9 : Capacité d'échange cationique et cations échangeables des 5 profils de sol étudiés pour 4 profondeurs données. $\text{CEC}_{\text{argile}}$ calculée en rapportant la CEC à la teneur en fraction $< 2\mu\text{m}$ de l'échantillon.

V- Conclusion

L'étude réalisée ici avait pour objectif de préciser la nature des phases minérales présentes dans les Ferralsols étudiés. Si la composition granulométrique a été déterminée pour l'ensemble des échantillons recueillis sur le terrain, l'analyse minéralogique n'a, quant à elle, concerné qu'un nombre très restreint d'échantillons. Il s'agit par conséquent de premiers résultats qui confirment la présence dans ces sols d'une phase majoritaire : la kaolinite, et de phases secondaires : le quartz, l'hématite (et la goëthite), la gibbsite, l'anatase. Ces premiers résultats montrent aussi que contre toute attente, des minéraux argileux de type 2 : 1 sont présents en très faible proportion dans les Ferralsols étudiés et qu'il existe une légère différence de composition minéralogique entre des profils de sol localisés dans un domaine restreint (1 km²). Les valeurs de capacité d'échange sont cohérentes avec une phase minérale composée de minéraux possédant peu ou pas de charges électriques de surface. Cette étude montre également que l'analyse minéralogique de ces sols reste délicate en raison de la présence de phases faiblement cristallisées et/ou présentes en faible proportion. En effet, la présence d'un bruit de fond et la superposition possible des pics de diffraction X, comme par exemple pour l'hématite et la goëthite, entraînent un doute quant à la présence ou non de l'un de ces minéraux dans les sols.

Cependant, la couleur rouge jaunâtre de ces sols et les conclusions des nombreuses études réalisées sur des sols analogues au Brésil, nous permettent de penser que de l'hématite et de la goëthite sont présents dans ces sols.

**Chapitre IV - Nature des constituants organiques :
apports de l'analyse Rock-Eval**

I- Introduction

Les processus de décomposition et d'humification des matières organiques sont régulés par des facteurs climatiques et (bio-)chimiques, notamment via l'activité microbienne. Ainsi, sous climat chaud, hors conditions de milieu particulières (e.g. engorgement), les températures élevées sont propices à une intense activité microbienne et la matière organique se décompose rapidement sans pouvoir s'accumuler (Gobat et al., 2003). Sous climat de type tropical à saisons contrastées ce n'est plus la température mais généralement l'eau qui est le facteur limitant (Duchaufour, 1977).

Les processus de décomposition créent tout un éventail de produits dérivés des constituants primaires des végétaux, des produits excrétés par les (micro-)organismes et de la lyse de toutes les structures biologiques. Ainsi, la dégradation de la lignine produit des polymères de plus petite taille et plus polaires que la lignine elle-même (Zech et al., 1992). Les carbohydrates rencontrés libres dans les sols et qui ont une origine végétale et/ou microbienne (Guggenberger et Zech, 1995 ; Trouvé et al., 1996), sont souvent présents principalement sous forme polymérique et oligomérique (Andreux, 1996). Les différents types de constituants organiques du sol, tels qu'ils peuvent être extraits par des solutions acides ou alcalines (i.e. les acides fulviques et humiques, ainsi que l'humine néoformée), ont *a priori* des structures très voisines comprenant des noyaux condensés liés entre eux par des chaînes aliphatiques (peptides, saccharides et alcanes), et portant des groupements fonctionnels à caractère acide (-COOH, -OH). Au-delà de ces traits de caractères très généraux, la structure chimique de la matière organique des sol (MOS) demeure mal connue en dépit des très nombreux travaux dont elle a fait l'objet depuis plus d'un siècle (Duchaufour, 2001). Cette méconnaissance s'explique d'abord par la variété des produits organiques qui arrivent au sol, puis par les diverses transformations subies par la part de ce matériel qui n'est pas minéralisée rapidement et qui subit une évolution constante. A ces divers facteurs s'ajoutent ceux qui dépendent des propriétés intrinsèques de la MOS, notamment sa capacité, via ses divers groupements fonctionnels, à établir des interactions multiples avec cations, anions et minéraux.

Bien qu'aucune technique ne puisse permettre une séparation complète des matières organiques fraîches des MOS plus ou moins transformées, les fractionnements physiques ont cependant permis de progresser dans cette voie (Braudeau, 1982 ; Feller et al., 1979, 1991b). Par ailleurs, des techniques physico-chimiques ont permis d'enrichir la connaissance de la composition de la matière organique des sols, qu'il s'agisse des humus, mais aussi des litières

et des lessivats. Ainsi, Huang et al. (1998) ont étudié la matière organique des sols (MOS) d'un Gleysol humique (FAO) d'Angleterre, par pyrolyse-spectrométrie de masse avec et sans chromatographie en phase gazeuse (Py-GC/MS et Py-MS). Selon les résultats obtenus par ces auteurs, la litière fraîche et la couche de fermentation sous-jacente (Lf) sont essentiellement constituées de lignocellulose peu décomposée, contrairement à la couche (Oh) qui est constituée de produits de leur décomposition ainsi que de métabolites microbiens et d'acides gras. Par ailleurs, la matière organique dissoute (MOD) montre une plus grande proportion de composés résultant de la décomposition de la lignine et de composés aromatiques que la MOS. Schulten et Leinweber (1996) qui ont aussi analysé la MOS et la MOD de différents types de sols par pyrolyse analytique, ont tenté d'en modéliser la structure moléculaire dans le but d'en expliquer la composition, la signification écologique, la dynamique ainsi que les relations structure-propriétés dans l'ensemble du sol. L'intérêt de ces méthodes physico-chimiques est qu'elles permettent d'accéder à la nature des constituants sans pré-traitement chimique susceptible de modifier la nature ou les propriétés du matériel étudié.

D'autres techniques, telles que la mesure des isotopes stables ^{13}C et ^{15}N , voire les datations par le ^{14}C (méthode radiogénique) permettent, notamment en cas de changement de végétation de type C3 en C4, de préciser l'origine, la dynamique et/ou l'âge du carbone constitutif de la MOS (Balesdent et Guillet, 1982 ; Volkoff et Cerri, 1988). De nombreuses études ont ainsi été réalisées sur des sols brésiliens : Oxisols, Ultisols, après déforestation et mise en pâturage (e.g. Feller et al., 1991a ; Desjardins et al., 1994 ; Roscoe et al., 2001 ; Desjardins et al., 2004).

Une autre méthode d'étude de la composition de la MOS qui connaît actuellement un fort développement est la spectroscopie de résonance magnétique du ^{13}C , à l'état solide. Cette application, qui permet de déterminer les proportions relatives des principales entités fonctionnelles de la MO, est cependant limitée aux échantillons de sol contenant plus de 1 % de carbone organique (Gonçalves et al., 2003). De plus, les fortes teneurs en oxydes de fer des Ferralsols entraînent des problèmes d'analyse.

Plus récemment, Disnar et al. (2003), ont testé sur des échantillons de litières et de sols la pyrolyse Rock-Eval 6, plus classiquement utilisée en géochimie organique "pétrolière". C'est une méthode simple et rapide qui permet de quantifier et de caractériser la matière organique sans aucun traitement préalable des échantillons, comme la décarbonatation, indispensable pour les méthodes classiques de combustion, lorsque les sols l'exigent. Outre les teneurs en carbone organique total (COT) et en carbone minéral (CMIN), cette technique fournit aussi des indices (indices d'oxygène (IO) et d'hydrogène (IH), la température du pic de pyrolyse S2

TpS2) qui donnent des informations élémentaires sur la composition de la matière organique. A partir de ces données, on peut ainsi estimer le degré d'évolution pédogénétique de la matière organique. Ces données peuvent utilement venir compléter les informations fondamentales sur la MOS qui généralement se limitent aux teneurs en carbone et en azote, permettant notamment de calculer le rapport C/N, indicateur classique du degré d'humification de la MOS. Bien que l'étude de Disnar et al. (2003) puis celle de Sebag et al. (2005) qui est complémentaire aient été principalement axées sur les sols sous climats tempérés et froids, elles ont cependant permis de mettre en évidence un comportement particulier de sols tropicaux, avec une composante inhabituelle du signal de pyrolyse à haute température. Nous reviendrons largement sur ce dernier point dans la discussion suivante.

Cette étude qui fait essentiellement appel à la pyrolyse Rock-Eval, a pour objectif premier de vérifier si le changement d'usage du sol de Cerradão en pâturage (semé en *Brachiaria brizantha*), s'accompagne d'une modification significative de l'abondance et/ou de la qualité de la MOS. Dans un deuxième temps, il s'agit de voir si ces Ferralsols très argileux, à gibbsite, développés sous climat tropical à saisons contrastées, produisent aussi le signal de pyrolyse à haute températures évoqué ci-dessus, et le cas échéant, d'en rechercher les causes.

II- Matériels analysés

Les 5 profils CER 1, CER 2, PAT 1, PAT 2 et PAT 3 ont été échantillonnés à partir de la surface, par incrément de 10 cm jusqu'à 50 cm de profondeur puis de 90 à 100 cm et de 150 à 160 cm de profondeur. Ces échantillons ont été séchés à l'air, légèrement broyés (entre les doigts) et tamisés à 2 mm pour réaliser un tri grossier des racines. C'est cette fraction < 2 mm représentant la totalité du sol, qui a été analysée. A titre de matière organique "fraîche" des intrants, nous avons aussi collecté des feuilles, litières et racines de *Brachiaria brizantha*, ainsi que des litières sous Cerradão. Ce matériel a été lavé à l'eau déminéralisée, puis séché à 60 °C. Des petits morceaux de charbons de bois¹ ont également été prélevés à diverses profondeurs du profil PAT 2. Enfin, des termitières (**Annexe 1**), nombreuses dans ces sols, ont été échantillonnées afin de les comparer au sol proprement dit. Les termitières analysées se situent au niveau du profil PAT 1. Il s'agit de 2 termitières épigées. L'une est sur le site depuis au moins 2 ans et mesure environ 1 m de haut. Ses parois sont très solides et tapissées d'une substance noire. Trois échantillons appelés a, b et c ont été prélevés, avec des proportions croissantes de matériaux noirs tapissant les parois internes de la termitière. La

¹ La masse des échantillons de charbon de bois analysés était très faible (quelques mg) du fait de la petite taille des particules carbonées. De plus, ils n'ont pas été lavés ni débarrassés de leur résidu minéral avant analyse.

deuxième construction par les termites s'est édifiée, en quelques jours seulement, durant les prélèvements d'échantillons de sols du profil PAT 1. Cette termitière qui se présente sous la forme d'un petit monticule de terre de quelques centimètres de haut, est uniquement constituée de matériaux micro-agrégés sans matériel noir. Tous les échantillons ont été finement broyés.

III- Méthodes utilisées

1- Le Rock-Eval 6

Le Rock-Eval est normalement utilisé pour estimer les potentialités pétrolières de roches sédimentaires (i.e. détermination de la teneur en carbone organique, ainsi que de la qualité et du degré de maturité thermique atteint par la matière organique). Cet appareil a cependant été utilisé à d'autres fins, par exemple pour évaluer l'état d'oxydation de charbons (Copard et al. 2002) ou encore, pour tenter de distinguer la présence de MO ancienne, remaniée, dans des humus actuels (Di-Giovanni et al. 1998). Le Rock-Eval n'a été que très peu utilisé dans le domaine des Sciences du Sol. Récemment, Disnar et al. (2003) et Sebag et al. (2005) l'ont expérimenté sur une large palette de sols qui se sont principalement développés sous climats tempérés. C'est sur cette base que s'appuie cette étude.

a- Principe de l'appareil

Le principe du Rock-Eval 6 utilisé pour cette étude (version "Turbo"; Vinci Technologies, Rueil-Malmaison, France) est résumé sur la **Figure 26**. Les échantillons sont introduits sous forme de poudre sèche, dans des petites nacelles en acier disposant d'un fond et d'un couvercle criblés. La masse d'échantillon analysée varie de quelques milligrammes à 100 mg. Pour notre étude, la masse d'échantillon était en moyenne de 30 à 50 mg.

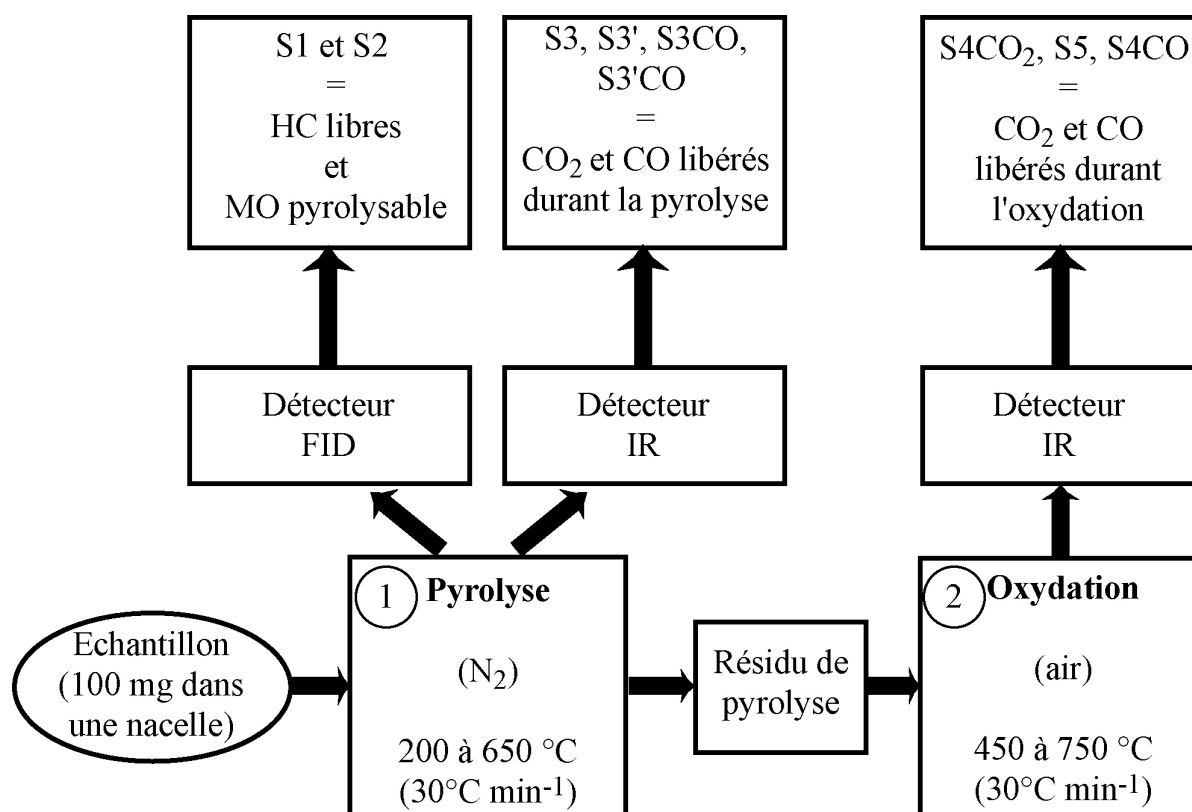


Figure 26 : Schéma synthétique du principe d'analyse d'un échantillon au Rock-Eval 6 (RE6). L'analyse consiste en une pyrolyse (1) suivie d'une oxydation (2) durant lesquelles les différents gaz émis sont détectés sous forme de signaux ou "pics" nommés S1, S2, S3, S4 et S5 et sont quantifiés (modifié d'après Disnar et al., 2003). HC : composés hydrocarbonés libérés ; MO : matière organique ; FID : détecteur à ionisation de flamme ; IR : infra-rouge.

Les conditions opératoires peuvent être modifiées selon le type d'échantillon analysé, celles décrites ci-après sont celles généralement utilisées pour des sols (**Figure 27** ; Disnar et al., 2003). Dans un premier temps, les nacelles sont introduites individuellement dans le four de pyrolyse qui se trouve alors à 200 °C (**Figure 26**). Le balayage par un gaz inerte (N_2) assure l'entraînement, vers les détecteurs, des constituants volatilisés à cette température. Après un délai de 3 minutes à température initiale, la température du four s'élève progressivement jusqu'à un maximum de 650 °C, provoquant la décomposition de la MO non volatile. Les effluents hydrocarbonés (HC) sont détectés et dosés grâce à un détecteur à ionisation de flamme (FID) placé à la sortie du four, l'émission de ces effluents se traduisant graphiquement sous forme de signaux ou "pics". Ainsi, le pic "S1" représente les composés hydrocarbonés présents sous forme "libre" dans l'échantillon et évacués à 200 °C. Le pic "S2" représente les produits hydrocarbonés issus du craquage de la matière organique de l'échantillon survenu entre 200 à 650 °C. La nacelle contenant le résidu de pyrolyse est ensuite transférée dans le four d'oxydation grâce au passeur automatique. Là, il subit une combustion sous air avec une augmentation graduelle de la température de 400 °C jusqu'à 750 °C. Le CO et le CO_2 émis

durant la pyrolyse et la combustion sont détectés en continu par des cellules infra-rouge. A l'issue de l'analyse, le calculateur de l'appareil détermine les valeurs des différents paramètres évoqués ci-dessous, et notamment les teneurs en carbone organique total (COT) et en carbone minéral (Cmin) de l'échantillon.

b- Paramètres usuels

Les paramètres usuels sont calculés par intégration des différents pics (S1, S2, S3, S4 et S5 cf. **Figure 26**; Lafargue et al., 1998) obtenus durant la pyrolyse et la combustion, exprimés en quantité de carbone, d'HC, de CO ou CO₂ (voire d'O₂).

Carbone Organique Total (COT) : quantité de carbone organique de l'échantillon (en % pondéral de l'échantillon).

COT = somme des pics de pyrolyse et d'oxydation de la MO (S1, S2, S3, S3CO, S4, S4') en unités appropriées, exprimé en % pondéral de carbone.

Carbone minéral (Cmin) : quantité de carbone minéral de l'échantillon (en % pondéral) déterminée d'après la quantification du CO₂ et du CO de pyrolyse et d'oxydation à haute température (i.e. après les émissions de ces gaz attribuées à la MO, soit respectivement au-delà de 400 et 600 °C, en pyrolyse; Lafargue et al., 1998).

TpS2 : température (°C) au sommet du pic S2.

NB: Tmax est son équivalent obtenu sur les analyseurs Rock-Eval plus anciens de type II ou III. Le Rock-Eval 6 le recalcule comme suit : $T_{max} = T_{pS2} - (30 \text{ à } 40 \text{ } ^\circ\text{C})$.

Indice d'oxygène (IO) :

$$IO = S3 / COT \text{ (en mg.g}^{-1} \text{ COT)}$$

Indice d'hydrogène (IH) :

$$IH = S2 / COT \text{ (en mg.g}^{-1} \text{ COT)}$$

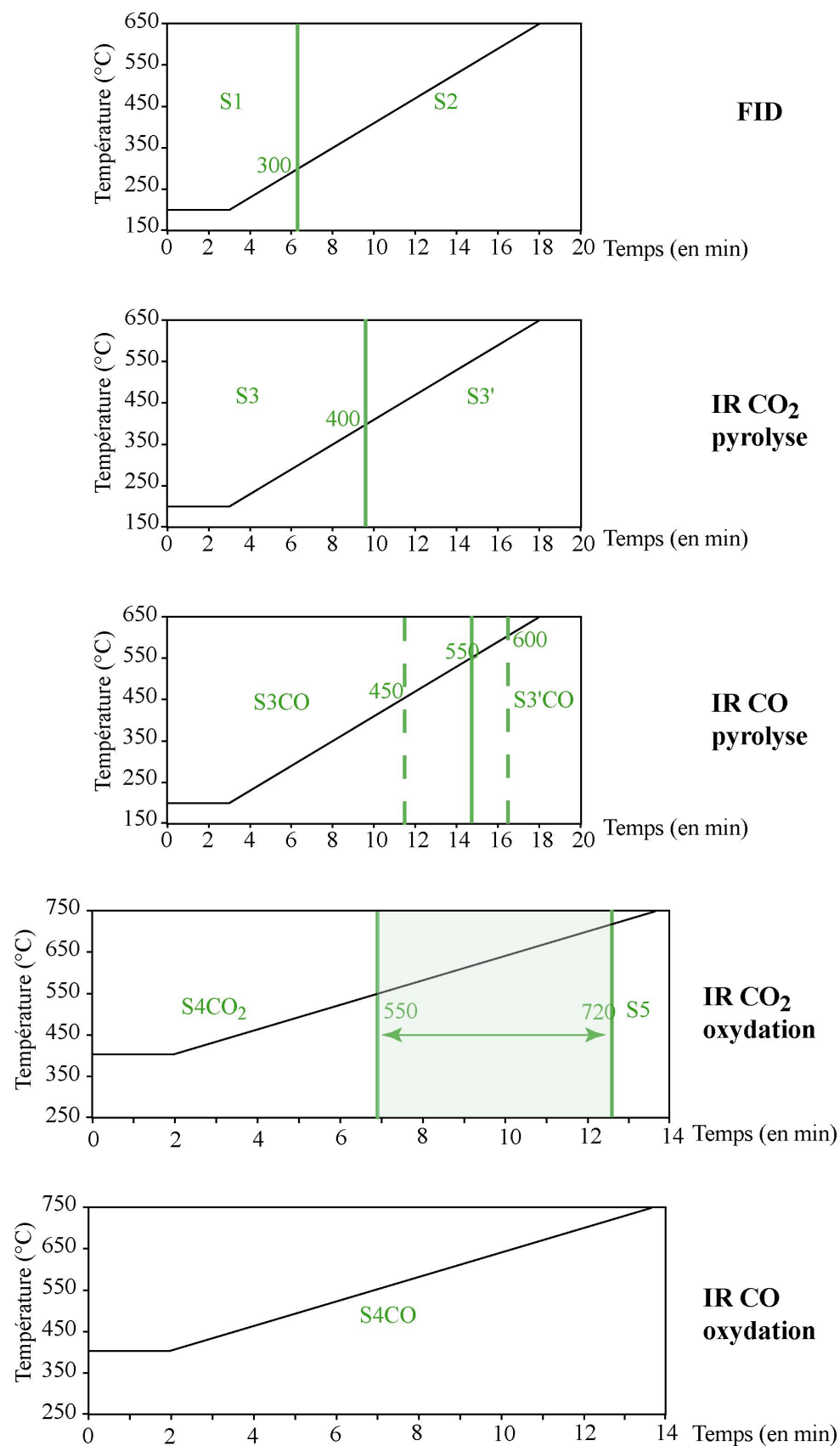


Figure 27 : Limites d'intégration des signaux (températures) utilisées dans le calcul des paramètres usuels de la pyrolyse RE6, en fonction des gaz émis (HC, CO ou CO₂), des détecteurs (FID ou IR) et du four (pyrolyse ou oxydation), selon le Cycle RESENTSM utilisé lors de l'analyse des échantillons de sol.

2- Le Leco

L'appareil utilisé est un analyseur élémentaire de carbone, azote et soufre de type Leco® CNS-2000 (Leco Corporation, Michigan, USA). L'échantillon, le plus souvent en poudre, subit une combustion jusqu'à 1100 °C. Il y a alors émission de gaz sous forme de CO₂, SO₂, N₂ et NO_x. Les teneurs en carbone et en soufre sont mesurées par des cellules infra-rouge, alors que la teneur en azote est déterminée par conductivité thermique. Dans notre étude, nous ne parlerons pas de la teneur en soufre qui n'est significative dans aucun des échantillons analysés.

3- Analyse des sucres et de la lignine

Ces analyses ont été effectuées, à titre d'essai, sur 3 échantillons sélectionnés : deux échantillons de sol prélevés à 10-20 cm de profondeur dans les profils CER 2 et PAT 1, et un échantillon de termitière épigée installée depuis l'année 2000, au niveau du profil PAT 1.

L'analyse des sucres consiste en deux hydrolyses acides par l'acide sulfurique précédées ou non par une macération dans de l'acide concentrée (e.g. Marchand, 2003) :

- l'attaque dite "douce" (H₂SO₄ 1,2 M; 100 °C, 3h) a pour but de libérer les sucres les plus labiles, ceux constituant notamment les hémicelluloses ;
- l'attaque dite "forte" est réalisée comme la précédente, mais après une macération à froid d'une nuit dans de l'acide concentré (H₂SO₄ 24 N). Ce traitement permet l'hydrolyse de la cellulose, plus résistante que les hémicelluloses. Les sucres dits hémicellulosiques qui sont aussi libérés lors de l'hydrolyse, peuvent ici subir une dégradation partielle.

L'analyse de la lignine qui a été réalisée selon Maman et al. (1996), comporte les étapes essentielles suivantes :

- une hydrolyse alcaline en présence d'un oxydant doux (CuO) ;
- une extraction par l'éther des produits d'hydrolyse ;
- le conditionnement des produits dans du méthanol et en présence d'un tampon ;
- l'identification et le dosage des monomères phénoliques par électrophorèse capillaire.

Les protocoles expérimentaux sont décrits de manière détaillée dans l'**Annexe 4**.

IV- Résultats et discussion

1- Matières organiques "fraîches" des intrants

La teneur en carbone organique total (COT) donnée par le Rock Eval 6 (RE6) est en moyenne de 45,5 % pour les litières de Cerradão, 35,5 % pour les litières de pâturage de *Brachiaria brizantha*, 40,0 % pour les feuilles et 40,5 % pour les racines de *Brachiaria brizantha* (**Tableau 10**). Ces valeurs sont bien conformes à celles attendues pour du matériel végétal frais dont les constituants organiques contiennent de fortes proportions d'oxygène et d'hydrogène comme les polysaccharides et la lignine. Les teneurs de carbone données par le Leco (en % massique) sont plus élevées de 1,5 à 5,0 % en valeur absolue que celles fournies par le Rock-Eval. Ceci a précédemment été expliqué par un défaut de réponse du détecteur FID aux produits de décomposition de constituants organiques très riches en oxygène, polysaccharides notamment (Disnar et al., 2003). Les données du Leco permettent de déterminer les valeurs du rapport C/N. Comme attendu, celui-ci atteint des valeurs élevées pour les litières, soit 61-69 et 47-57, respectivement pour celle du Cerradão et celle du pâturage. Ce même rapport qui est de 36-39 pour les feuilles de *Brachiaria brizantha* mais de 113 pour les racines, souligne ainsi la plus grande abondance d'azote dans les feuilles, relativement riches en protéines par rapport aux racines.

Localisation	nature	Paramètres déterminés au Rock-Eval					Paramètres déterminés au LECO		
		TpS2 °C	COT %	CMIN	IH mg/g de COT	IO	C total %	N	C/N
Cerradão	litière	379	45,8	2,2	360	85	46,9	0,9	61
		376	45,2	2,1	383	87	47,8	0,8	69
Pâturage (<i>Brachiaria b.</i>)	feuilles	323	40,0	2,5	401	157	41,2	1,3	36
		-	-	-	-	-	41,5	1,3	39
	litière	362	35,3	1,9	502	109	39,6	1,0	47
		366	35,9	1,7	524	108	41,4	0,7	67
	racines	365	40,5	1,7	506	107	44,7	0,5	113
		366	40,6	1,8	483	112	-	-	-
		366	40,3	1,9	478	110	-	-	-

Tableau 10 : Résultats de l'analyse par pyrolyse Rock-Eval 6 et par combustion Leco des échantillons de végétation et de litières du Cerradão et du pâturage semé en *Brachiaria brizantha*.

Les pics S2 des différents matériels végétaux étudiés sont présentés sur la **Figure 28**. Les valeurs des TpS2 sont faibles : environ 320 °C pour les feuilles de *Brachiaria brizantha*. et 360 à 380 °C pour le reste (**Tableau 10**). Le signal S2 des feuilles (**Figure 28 a**) est presque unimodal avec un TpS2 à 323 °C et un simple épaulement vers 300 °C. Quant aux pics S2 des litières et des racines de *Brachiaria brizantha*. (**Figure 28 b et c**) ils se ressemblent fortement, avec deux pics culminant à 300 et 360 °C. Enfin, le signal S2 des litières sous végétation naturelle est beaucoup moins net. Il présente un pic assez large et multilobé avec un TpS2 vers 380 °C et un épaulement vers 300 °C. Pour tous ces pics, il y a présence d'un épaulement plus ou moins intense à des températures supérieures à 400 °C. Les pics de CO et CO₂ obtenus en pyrolyse culminent à des température de pyrolyse comprises entre 300 et 400 °C, soit dans la même plage de température que celle où se produit l'émission de constituants hydrocarbonés (**Annexe 4**).

Les faibles valeurs des TpS2 des feuilles, racines mais aussi de la litière de la graminée *Brachiaria brizantha*. sont caractéristiques de biopolymères labiles (e.g. cellulose, lignine ; Disnar et al., 2003). Les composés organiques de la litière du Cerradão s'avèrent thermiquement plus résistants que ceux de la litière des pâturages et montrent ainsi une signature différente en S2.

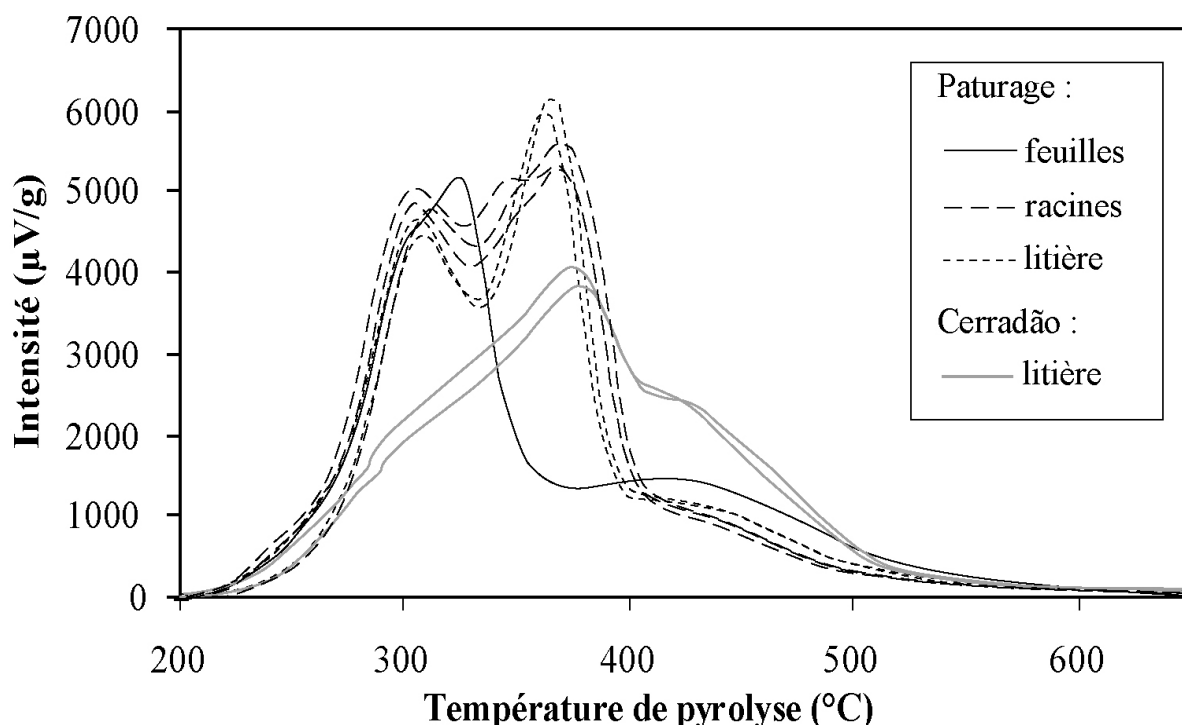


Figure 28 : Signaux S2 obtenus au Rock-Eval 6 lors de la pyrolyse des différents matériels végétaux. a) feuilles de *Brachiaria brizantha* ; b) racines de *Brachiaria brizantha* ; c) litières prélevées sous végétation naturelle de type Cerradão ("litcera" et "litcerb") et sous pâturage semé en *Brachiaria brizantha* ("litpata" et "litpatb").

2- Matières Organiques "héritées"*a- Les charbons de bois*

Des charbons de bois, prélevés à différentes profondeurs dans le profil PAT 2 montrent des teneurs en COT très variables comprises, entre 30 et 60 % (**Tableau 11**). Ceci peut être dû à une purification plus ou moins parfaite (Cf. conditions expérimentales) mais aussi à des origines diverses (type et organe de végétaux), des degrés d'altération thermique et d'oxydation très variables (Copard et al., 2002).

Echantillons	Profondeurs (cm)	Paramètres déterminés au Rock-Eval				
		TpS2	COT	CMIN	IH	IO
		°C	%		mg/g de COT	
chp20a*	0	697	49,4	2,4	7	46
chp20b*	0	639	58,7	2,4	8	51
chp2301	30	648	60,5	2,8	2	36
chp2302	30	648	50,1	3,7	2	41
chp2303	30	647	45,9	2,7	2	52
chp2304	30	647	49,3	2,7	2	50
chp2801	80	646	36,2	2,5	4	51
chp2802	80	647	37,9	2,4	3	45
chp280a*	80	797	46,6	2,5	5	36
chp21501	150	648	40,9	2,4	2	43
chp21502	150	649	31,4	2,2	4	47
chp21503	150	648	37,5	2,5	3	46

Tableau 11 : Résultats de la pyrolyse Rock-Eval 6 des échantillons de charbons de bois prélevés dans le profil PAT 2 à différentes profondeurs. (*Echantillons ayant subi une programmation différente).

Les valeurs de TpS2 qui sont *a priori* très élevées (> 650 °C) sont très fortement sujettes à caution car fondées sur un signal S2 extrêmement faible (**Figure 29a**) comme le soulignent les valeurs de IH correspondantes, toutes inférieures à 10 mg d'HC.g⁻¹COT et pour la plupart, seulement de 2 mg. Les IO sont également faibles, compris entre 36 et 52 mg de CO ou CO₂/g de COT. Ces faibles valeurs de IH et IO s'expliquent par le fait qu'un charbon de bois a déjà émis des effluents hydrocarbonés et oxygénés (CO et CO₂) durant sa carbonisation. Si celle-ci a été poussée il ne peut donc plus en produire durant la pyrolyse Rock-Eval (sauf si éventuellement il a subi une oxydation après sa carbonisation). C'est *a priori* bien ce que l'on observe ici, avec des pyrogrammes quasiment plats dans la gamme de températures des pics S2, ce qui, en d'autres termes, indique du COT presque exclusivement constitué de carbone résiduel.

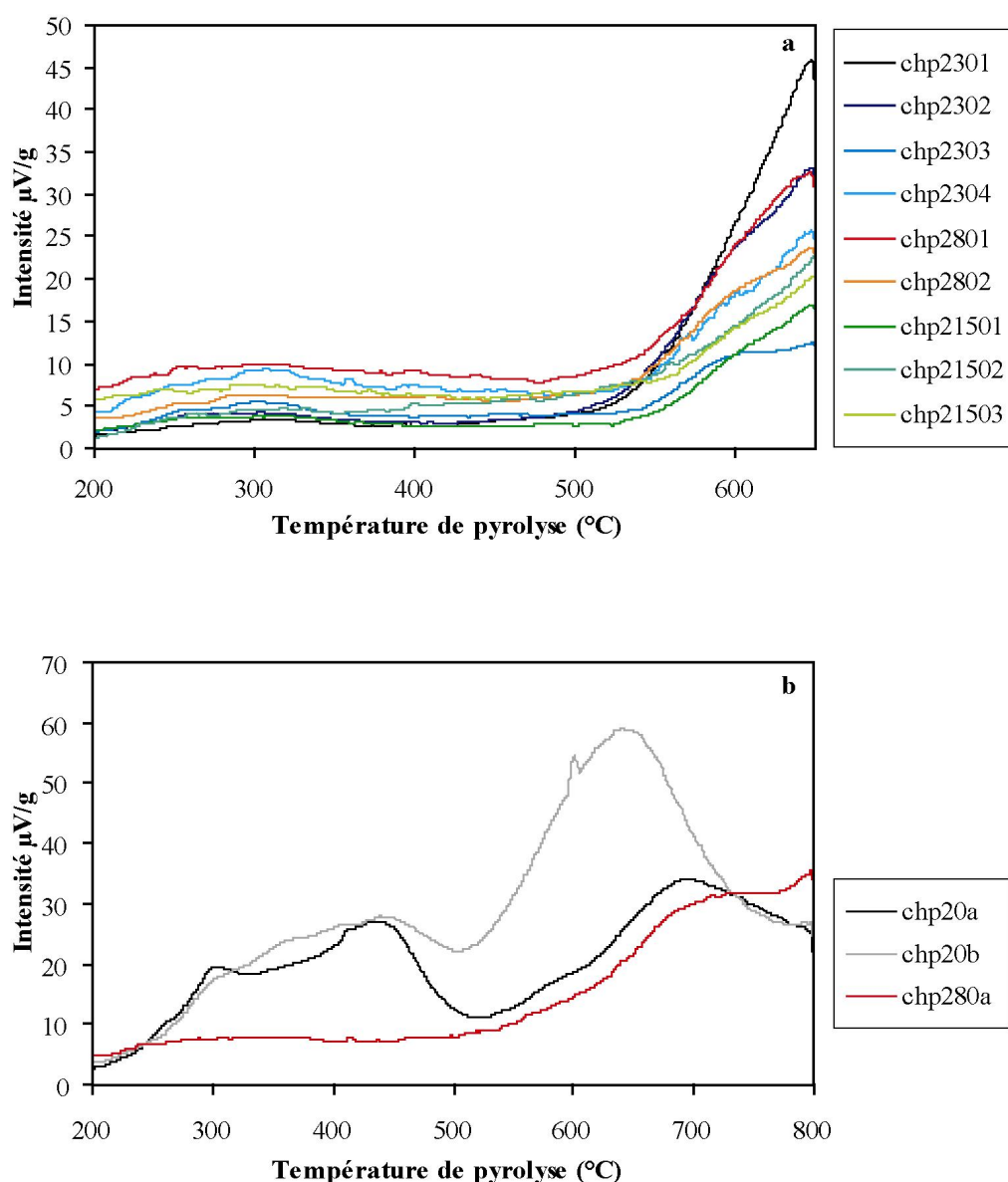


Figure 29 : Signaux S2 obtenus au Rock-Eval 6 lors de la pyrolyse des fragments de charbons de bois prélevés à différentes profondeurs du profil de sol PAT 2. a) Analyse aux températures de pyrolyse de 200 à 650 $^{\circ}\text{C}$, des charbons prélevés entre 30-40 cm (chp2301,02,03,04), entre 80-90 cm (chp2801 et chp2802), entre 150-160 cm (chp21501,02,03) ; b) Analyse aux températures de pyrolyse de 200 à 800 $^{\circ}\text{C}$, des charbons prélevés entre 0-10 cm (chp20a et b) et entre 80-90 cm (chp280a).

Afin de préciser ce résultat quelques échantillons ont été analysés suivant une programmation qui comprend une pyrolyse jusqu'à 800 $^{\circ}\text{C}$ (contre 650 $^{\circ}\text{C}$ pour le cycle standard) avec une intégration au COT de tout le carbone du CO et du CO_2 dégagés. Comme le montrent les courbes de pyrolyse présentées sur la **Figure 29b**, les résultats sont plutôt décevants. Deux des échantillons (chp20a et chp20b) renferment un peu de MO fraîche qui pyrolyse principalement entre 300 et 500 $^{\circ}\text{C}$. Seul un échantillon (chp280a) fournit une courbe

comparable à celle obtenue lors de la pyrolyse interrompue à 650 °C mais un peu prolongée aux températures supérieures. Ce même signal à haute température se retrouve aussi pour deux des échantillons précédents (chp20a et chp20b), au-delà de celui dû à la MO fraîche. L'origine de ces signaux de TpS2 très élevé et variable (640 à 800 °C) est délicate et pourrait éventuellement même provenir de la matrice minérale, par perturbation du "FID" par émission d'un élément minéral volatil à haute température. Ainsi, Kéravis et al. (2003) ont observé de tels signaux à haute température, lors de la pyrolyse d'argiles synthétisées en l'absence de tout composé organique.

b- Les termitières

Les échantillons prélevés de termitières montrent des teneurs en COT de 2,9 % pour la termitière la plus récente et de 4,7 à 7,8 % pour la termitière de 2 ans (**Tableau 12**). Pour cette dernière, les valeurs de COT augmentent de l'échantillon "a" à "c", soit avec des proportions croissantes de matériel noir. L'échantillon "a" a aussi été analysé au Leco. Les teneurs en carbone obtenues au Leco sont légèrement plus élevées que celles du Rock-Eval pour des raisons techniques discutées précédemment (cf. § 1).

Echantillons	Paramètres déterminés au Rock-Eval					Paramètres déterminés au LECO		
	TpS2	COT	CMIN	IH	IO	C total	N	C/N
	°C	%		mg/g de COT		%		-
Termitière de quelques jours	446	2,9	0,4	172	181	-	-	-
Termitière > 2 ans "a"	446	4,7	0,5	197	140	5,8	0,3	24
Termitière > 2 ans "a" (bis)	-	-	-	-	-	6,2	0,3	26
Termitière > 2 ans "b"	373	6,2	0,6	208	130	-	-	-
Termitière > 2 ans "c"	373	7,8	0,6	237	116	-	-	-

Tableau 12 : Résultats de la pyrolyse Rock-Eval 6 et de la combustion Leco des échantillons de 2 termitières prélevées à proximité du profil PAT 1 (une termitière formée en quelques jours et une termitière construite depuis au moins 2 ans).

Le signal S2 fourni par l'échantillon de la termitière de quelques jours se présente sous forme d'un pic assez large et de faible amplitude, avec un TpS2 qui se situe à 446 °C et s'accompagne d'un léger épaulement vers 280 °C (**Figure 30**). Pour la termitière de deux ans, les pics S2 présentent 2 modes bien distincts, l'un à 373 °C et l'autre à 446 °C, ainsi que deux épaulements vers 280 et 320 °C. L'amplitude des deux modes, mais surtout de celui qui

culmine à 373 °C augmente de l'échantillon "a" à l'échantillon "c". Ainsi, ce signal à 373 °C correspondrait, au moins en partie, à la présence du matériel noir façonné par les termites lors de la construction de l'édifice. Selon des travaux antérieurs (Disnar et al., 2003 ; Sebag et al., 2005), ce matériel serait composé de biopolymères labiles typiques de matériel végétal frais et de litière du sol (i.e. polysaccharides, lignine, ...etc.). Cette hypothèse doit être considérée avec réserves, la méthode permettant simplement d'attester du degré de labilité thermique des composés étudiés, ici notamment plus faible que celui des géopolymères (i.e. composés humiques, kérogène...etc.).

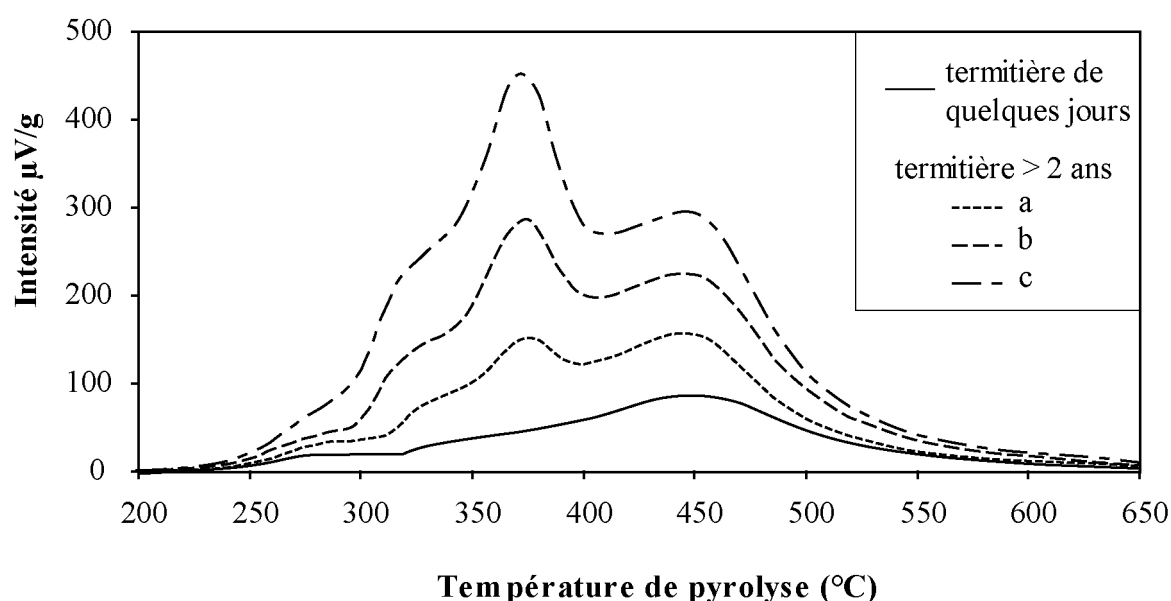


Figure 30 : Signaux S2 obtenus au Rock-Eval 6 lors de la pyrolyse d'échantillons de termitières épigées situées à proximité du profil de sol PAT 1 (une termitière épigée construite en quelques jours, une termitière construite depuis au moins 2 ans, avec sélection d'une proportion croissante de matériel noir tapissant les parois de "a" à "c").

Un élément de confirmation en ce sens est cependant apporté par les valeurs du rapport C/N des termitières (24 à 26) qui sont semblables à celles de la MO des horizons de surface du sol (**Tableau 13**). Ainsi, comme l'attestent les teneurs en C et en N relativement élevées des constructions biogéniques, les termites ajoutent de la matière organique fraîche au matériel du sol en fabricant une sorte de "torchis" (Grassé, 1984).

Profil	Profondeur (cm)	Paramètres déterminés au Rock-Eval					Paramètres déterminés au LECO		
		TpS2	COT	CMIN	IH	IO	C total	N	C/N
		°C	%		mg/g de COT		%		-
CER 1	5	465	2,0	0,4	134	240	2,4	0,13	22
	15	463	1,6	0,3	142	271	1,6	0,09	20
	25	471	1,0	0,3	167	364	1,5	0,07	24
	35	472	0,8	0,3	185	443	1,2	-	-
	45	487	0,6	0,2	183	552	1,0	0,07	16
	95	543	0,4	0,2	161	658	0,7	-	-
	155	547	0,2	0,2	190	1143	0,5	-	-
CER 2	5	455	3,2	0,4	119	176	3,0	0,17	20
	15	466	1,5	0,3	138	261	2,0	0,12	20
	25	464	1,6	0,3	129	265	1,8	0,10	21
	35	469	1,2	0,3	133	311	1,6	0,08	22
	45	468	1,1	0,3	144	330	1,5	0,08	21
	95	523	0,5	0,2	150	587	0,8	-	-
	155	545	0,3	0,2	196	857	0,6	-	-
PAT 1	5	455	1,9	0,3	165	232	2,4	0,14	20
	15	466	1,2	0,3	157	296	1,5	0,08	23
	25	465	1,1	0,3	138	286	1,3	0,06	24
	35	474	0,8	0,2	151	372	1,2	0,05	26
	45	476	0,8	0,2	158	395	1,1	0,05	26
	95	528	0,3	0,2	186	793	0,6	-	-
	155	541	0,2	0,1	190	1000	0,5	-	-
PAT 2	5	462	1,8	0,3	142	236	2,4	0,13	21
	15	463	1,6	0,3	145	258	2,0	0,10	24
	25	473	0,9	0,3	159	359	1,3	0,05	31
	35	480	0,7	0,3	170	438	1,1	0,04	30
	45	514	0,6	0,2	176	517	1,0	0,04	31
	95	544	0,4	0,2	180	714	0,6	-	-
	155	551	0,2	0,2	195	1045	0,5	-	-
PAT 3	5	463	1,7	0,4	150	246	2,4	0,16	17
	15	459	1,6	0,3	155	258	2,3	0,16	17
	25	466	0,9	0,3	151	340	1,5	0,10	18
	35	475	0,7	0,2	147	405	1,1	0,07	19
	45	481	0,6	0,3	150	483	1,0	0,06	18
	95	544	0,3	0,2	162	750	0,6	-	-
	155	548	0,3	0,2	156	880	0,5	-	-

Tableau 13 : Résultats de la pyrolyse Rock-Eval 6 et de la combustion Leco des échantillons de sols prélevés entre 0-10, 10-20, 20-30, 30-40, 40-50, 90-100 et 150-160 cm de profondeur dans les 5 profils étudiés.

Une information beaucoup plus directe sur la nature du matériel noir est apportée par l'analyse des sucres (**Tableau 14**) et de la lignine de l'échantillon "a" de la termitière de 2 ans. En effet, cette approche a révélé pour l'échantillon de termitière, une assez forte teneur en sucres totaux (14,26 mg.g⁻¹), avec des proportions particulièrement élevées de xylose hémicellulosique et surtout de glucose cellulosique. Ces constituants sont des marqueurs de matériel végétal frais (vraisemblablement de *Brachiaria brizantha* ; **Tableau 14**), *a priori* peu, voire pas dégradé que les termites incorporent au torchis de leurs constructions. Parallèlement, le dosage des monomères de la lignine de ce même échantillon, a révélé une teneur totale de 4,3 mg.g⁻¹ de constituants vanilliques (V), syringiques (S) et cinnamiques (C).

La prédominance d'entités syringiques indique que ce matériel végétal dérive principalement d'angiospermes, ce qui semble normal sous un pâturage de graminée.

Echantillon	nature	Arabinose	Rhamnose	Ribose	Fucose	Mannose	Galactose	Xylose	Glucose	Sucres totaux
CER 2 10-20 cm	hémicellulosiques	0,25	0,16	0,01	0,09	0,14	0,16	0,20	0,60	1,62
	cellulosiques	0,01	0,08	0,01	0,07	0,39	0,17	0,09	0,81	1,88
	sucres totaux	0,26	0,24	0,02	0,16	0,53	0,32	0,29	1,41	3,24
PAT 1 10-20 cm	hémicellulosiques	0,22	0,16	0,02	0,13	0,21	0,18	0,31	0,66	1,89
	cellulosiques	0,02	0,03	-	0,02	0,20	0,12	0,09	0,77	1,25
	sucres totaux	0,23	0,18	0,02	0,16	0,41	0,29	0,41	1,43	3,13
termitière > 2 ans	hémicellulosiques	1,06	0,37	0,07	0,29	0,39	0,71	2,27	1,97	7,14
	cellulosiques	-	-	-	-	-	-	-	7,12	7,12
	sucres totaux	1,06	0,37	0,07	0,29	0,39	0,71	2,27	9,09	14,26
Feuilles de <i>Brachiaria b.</i>	hémicellulosiques	23,53	10,04	1,02	1,62	2,05	13,77	133,24	48,07	233,34
	cellulosiques	2,38	-	1,06	-	9,89	0,20	-	177,56	191,09
	sucres totaux	25,92	10,04	2,08	1,62	11,93	13,97	133,24	225,63	424,44
Litière de <i>Brachiaria b.</i>	hémicellulosiques	20,65	4,11	0,82	1,62	4,72	9,65	156,54	34,29	232,40
	cellulosiques	-	-	0,66	0,07	8,57	0,36	-	202,88	212,54
	sucres totaux	20,65	4,11	1,48	1,70	13,29	10,01	156,54	237,16	444,93
Racines de <i>Brachiaria b.</i>	hémicellulosiques	19,88	7,73	1,09	1,46	3,23	10,24	161,95	22,86	228,45
	cellulosiques	4,31	0,00	0,16	0,63	7,42	2,81	0,00	226,68	242,01
	sucres totaux	24,18	7,73	1,26	2,09	10,65	13,05	161,95	249,55	470,46

Tableau 14 : Teneurs en sucres (en mg/g d'échantillon) de deux échantillons de sol prélevés à 10-20 cm de profondeur pour les profils CER 2 et PAT 1 et d'un échantillon de termitière épigée > 2 ans située à proximité du profil PAT 1. Données complémentaires provenant d'une étude antérieure sur les sucres des feuilles, litière et racines de la graminée *Brachiaria brizantha* prélevée sur le même site d'étude (Bodineau et al. 2002).

3- Matières organiques du sol (MOS)

Pour des raisons d'homogénéité, nous ne discuterons ici que des données obtenues dans les conditions analytiques précisées dans le paragraphe méthodologique. Des données complémentaires obtenues avec une programmation différente pour les profils CER 1 et PAT 2 sont présentées en annexe (**Annexe 4**). Il convient cependant de préciser que ce choix ne constitue qu'une précaution, les différences de conditions opératoires n'introduisant normalement que peu de variation dans les résultats, notamment pour des paramètres tels que le COT et le TpS2. L'ensemble des résultats des analyses effectuées au Leco, sur les profils complets (tous les 10 cm jusqu'à 170 cm), est aussi reporté en annexe¹ (**Annexe 4**).

Pour les 5 profils, les valeurs de COT sont faibles mais somme toute normales voire assez élevées pour des sols tropicaux et varient de 1,7-3,2 % pour l'horizon de surface, à 0,2-0,3 % pour l'horizon profond (**Tableau 13**). Ces valeurs diminuent progressivement mais très

¹ Des analyses du carbone organique par la méthode Walkley & Black (1934) ont été réalisées au Brésil, au laboratoire de l'EMBRAPA CPAC, sur les mêmes échantillons de sol, par Maria Inês Lopes de Oliveira (**Annexe 4**).

rapidement dans les premiers décimètres, puis tendent à se stabiliser en profondeur (**Figure 31**). Elles sont similaires à celles précédemment obtenues pour des Ferralsols de cette même région, qui évoquent un rapide "turn-over" (Brossard et al., 1997). En effet, sous ces climats tropicaux, la litière est très vite décomposée et incorporée au sol, grâce à une forte activité faunique et microbienne. Les teneurs en COT sont plus élevées dans le profil CER 2, certainement du fait de la forte variabilité et hétérogénéité de la végétation du Cerradão (cf. chap.1 et 2).

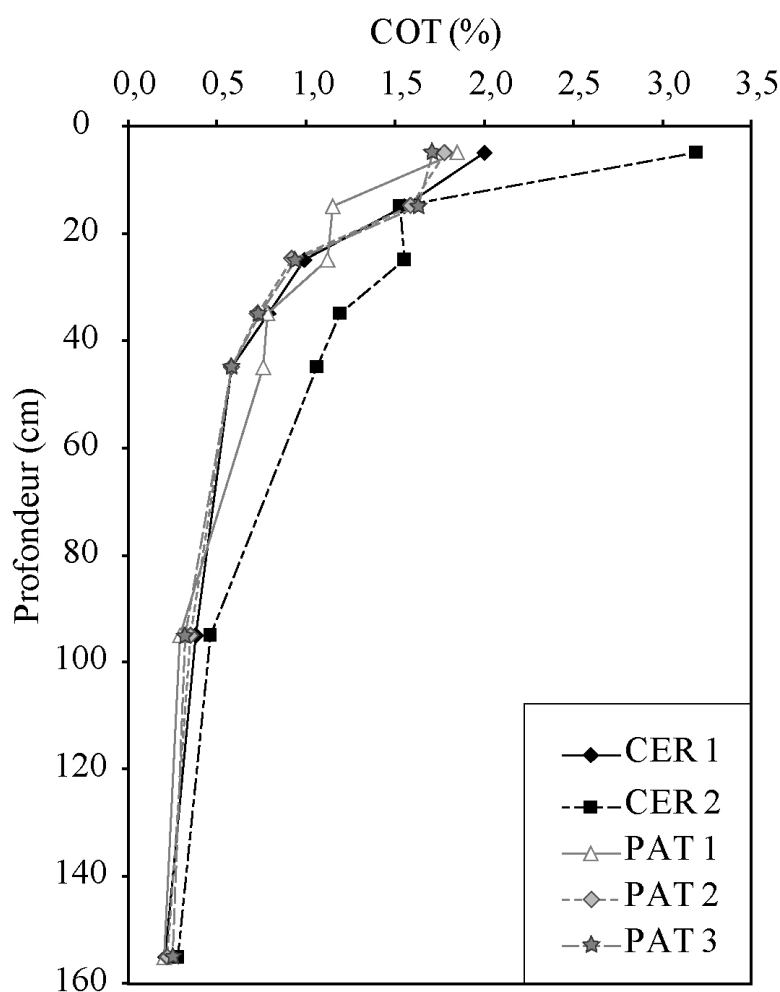


Figure 31 : Proportion de carbone organique total (COT) des 5 profils de sol étudiés (CER 1, CER 2, PAT 1, PAT 2 et PAT 3) en fonction de la profondeur.

Comme cela a été précisé, les teneurs de carbone total données par l'analyse Leco sont un peu plus élevées que celles fournies par le Rock-Eval. Les valeurs de Cmin données par le Rock-Eval n'ont pas de signification dans le cas présent, les sols étudiés étant connus pour être dépourvus de carbonates.

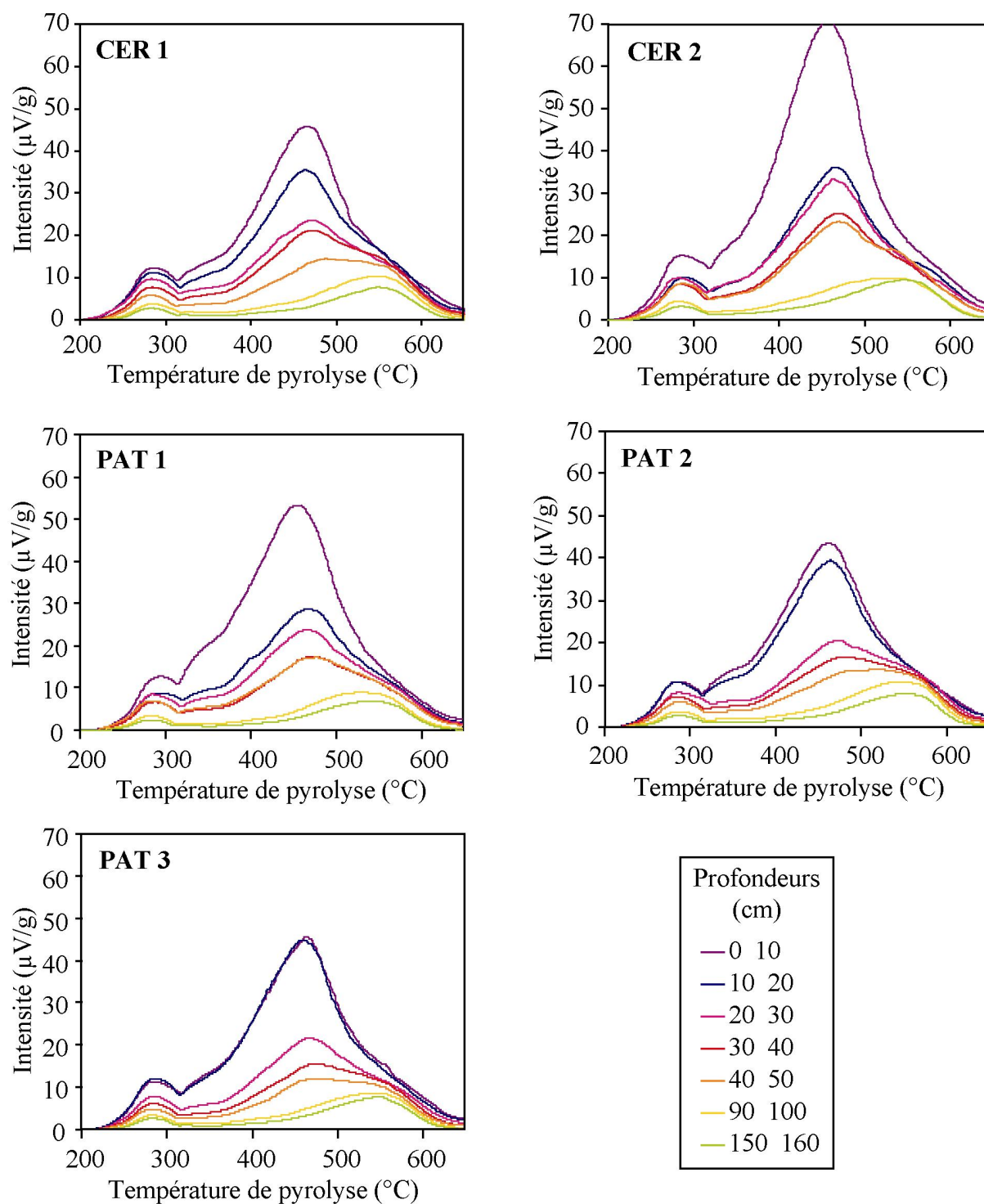


Figure 32 : Signaux S2 obtenus au Rock-Eval 6 lors de la phase de pyrolyse des échantillons de sol prélevés à différentes profondeurs, pour les 5 profils de sol étudiés.

Dans les 50 premiers centimètres, le rapport C/N est compris entre 16 et 31 (**Tableau 13**), soit une moyenne de 24, ce qui, par comparaison avec les valeurs nettement plus élevées du matériel végétal frais, souligne une perte notable de constituants carbonés.

Les analyses des sucres réalisées sur deux seuls échantillons prélevés à même profondeur (10-20 cm), l'un sous Cerradão (profil CER 2), l'autre sous pâturage (profil PAT 1), ne montrent pas de différence significative. L'analyse de la lignine n'a pas apporté de résultat concluant, ce qui implique une altération rapide du matériel frais tombé au sol, sans qu'il ait eu le temps de s'y intégrer.

L'allure générale des pics S2 et leur évolution avec la profondeur sont semblables pour les cinq sols étudiés (**Figure 32**). D'abord, on note une baisse de l'intensité de ces pics de la surface vers la profondeur (facteur 8). Jusqu'à 60 cm, les pics sont d'allure bimodale, avec une composante principale qui culmine vers des températures de pyrolyse de 460-470 °C et une autre composante en général peu intense vers 280 °C. Pour les horizons profonds, la composante à 280 °C est toujours présente, la seconde s'étant alors apparemment "déplacée" vers des températures comprises entre 550 et 570 °C. Globalement, ceci se traduit par une augmentation des TpS2 avec la profondeur, avec un changement notable qui se produit entre 50 et 90 cm de profondeur.

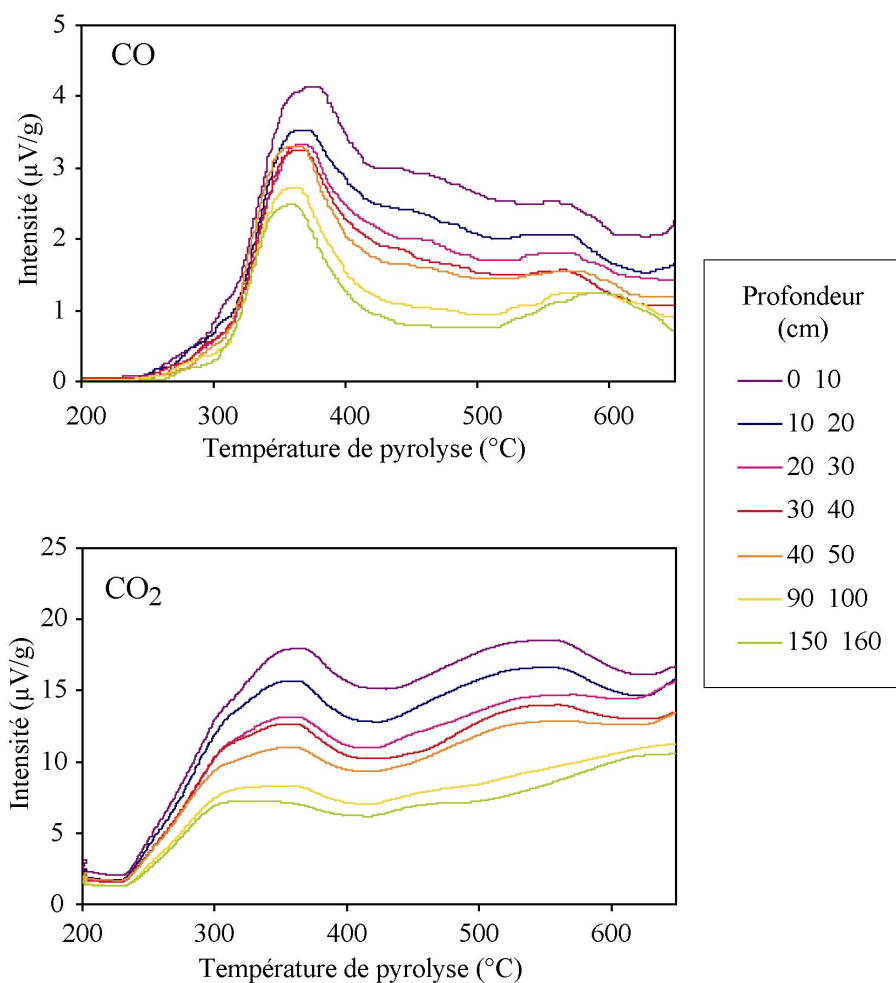


Figure 33 : Emission de CO et CO₂ détectée par des cellules infra-rouge, lors de la phase de pyrolyse, au Rock-Eval 6, pour le profil CER 1 à différentes profondeurs.

Les courbes de CO et CO₂ obtenues lors de la pyrolyse montrent une légère diminution d'intensité avec la profondeur (**Figures 33**). Les amplitudes des pics de CO sont très faibles (de l'ordre de 1 à 4 $\mu\text{V.g}^{-1}$) et donc difficilement interprétables. On remarque simplement la présence d'un pic principal vers 360-370 °C avec une montée en intensité très nette, mais une descente plus progressive avec une tendance à s'aplatir vers les températures élevées. Les courbes de CO₂, plus intenses, sont ainsi plus significatives. D'abord, elles présentent une nette augmentation jusque vers 360-370 °C. Après une légère baisse, le signal augmente jusque vers 550 °C avant de décroître à nouveau, délimitant ainsi un second pic. Vers le terme de la pyrolyse, la courbe ne revient pas à son niveau de base, ce qui indique qu'en dépit de l'absence de carbonates, il y a encore libération de CO₂ par les échantillons de sol, à haute température.

L'indice d'hydrogène (IH) présente des valeurs plutôt homogènes, comprises entre 110 à 190 mg HC.g⁻¹COT, tout à fait compatibles avec celles attendues pour du matériel ligno-cellulosique altéré (**Tableau 13**). Pour tous les profils, à l'exception de PAT 3, on note une tendance modeste mais néanmoins assez nette à une augmentation de l'IH avec les profondeurs croissantes. Cette tendance s'inscrit à rebours de celle normalement attendue d'une altération (déhydrogénation) progressive avec l'enfouissement. Contrairement à l'IH qui ne varie que très peu, l'indice d'oxygène (IO) passe de valeurs voisines de 200 mg CO₂ g⁻¹COT en surface, à plus de 1000 vers la base des profils. Cette évolution peut *a priori* s'expliquer par une oxydation progressive de la matière organique. Cependant les valeurs voisines de 1000 demeurent très nettement supérieures à celle observées dans des horizons B de podzols, pourtant réputés contenir une matière organique très oxydée (Disnar et al., 2003). Ceci nous amène aux deux possibilités suivantes : soit la matière organique de ces sols tropicaux atteint des degrés d'altération exceptionnels, soit on se trouve en présence d'artéfacts dus à des propriétés particulières de ces mêmes sols, ces deux possibilités, ne s'excluant pas mutuellement.

V- Discussion Générale

1- Corrélation des données obtenues par des méthodes différentes : mesure du carbone organique d'un échantillon de sol.

Les échantillons ne contenant *a priori* pas de carbonate, les teneurs en carbone total (Ct) obtenues au Leco devraient être similaires au COT mesuré par pyrolyse Rock-Eval. En réalité, le Leco montre des teneurs plus élevées que le Rock-Eval (**Tableau 13**). Lorsque l'on met en relation ces deux types de données, on obtient une droite de corrélation dont l'équation est : $y = 1.109 x + 0.277$, avec $R^2 = 0.966$ (y représentant le C total du Leco et x le COT du Rock-Eval) si l'on omet un point de COT élevé qui "tire" la droite de régression, correspondant à l'horizon 0-10 cm du profil CER 2 (**Figure 34a**). La pente de cette droite est très voisine de celle précédemment obtenue de manière similaire avec des échantillons de sols variés, mais principalement de climat tempéré (pente = 1,092 ; Disnar et al., 2003). Cette différence, encore plus marquée pour les litières, avait alors été interprétée comme le résultat d'une mauvaise réponse du détecteur "FID" aux produits de décomposition de biopolymères très riches en oxygène tels que la cellulose et les hémicelluloses. Mais ceci n'explique pas le décalage de l'ordonnée à l'origine de ca. 0,3 % COT. Cependant, lorsque l'on ajoute au COT du Rock-Eval, la valeur du Cmin qui, faute de carbonates, n'a pas ici de signification objective, la corrélation s'améliore nettement : $y = 1,008 x + 0,121$ avec $R^2 = 0,968$ (**Figure 34b**). Or, le Cmin provient essentiellement de l'intégration du pic S3' qui représente le CO₂ émis durant la pyrolyse au-delà de 400 °C et qui est généralement attribué aux carbonates (le CO₂ émis avant cette température étant lui, supposé provenir de la MO). On a vu que les courbes de CO₂ de pyrolyse montraient une augmentation en fin de pyrolyse. Ce CO₂ émis à température de pyrolyse élevée amène effectivement des interrogations. En effet, les groupements oxygénés et notamment carboxyliques susceptibles de fournir du CO₂ par décomposition thermique sont labiles et se décomposent normalement à assez basse température (Disnar, com. pers.). Trois hypothèses qui n'en excluent pas d'autres, s'offrent alors à nous en ce qui concerne le CO₂ "résiduel" émis au-delà de 400 °C :

- il proviendrait de composés particuliers à ces sols ;
- il serait formé par oxydation du CO avec des oxydes (Fe et Al) très abondants dans les Ferralsols ;
- il serait le produit d'un processus plus complexe tel qu'une réaction, à haute température, entre la matière organique et les oxydes de fer (Jacob, 2003).

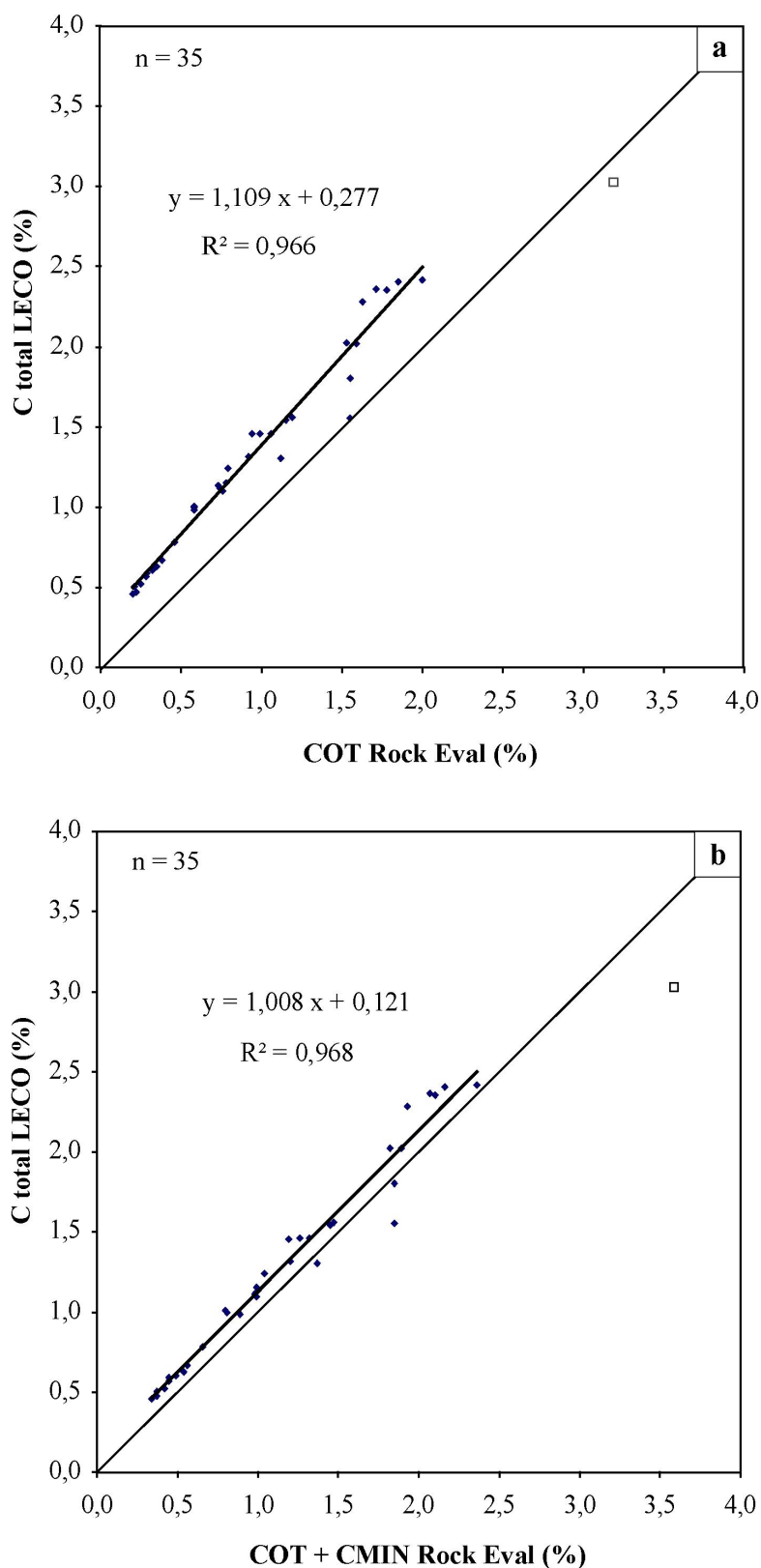


Figure 34 : Droites de corrélation a) entre la teneur en carbone organique total déterminée au Rock-Eval (COT Rock-Eval) et la teneur en carbone total déterminée au Leco CNS-2000 (C total Leco) ; b) entre la somme "teneur en carbone organique total + teneur en carbone minéral" déterminées au Rock-Eval (COT+CMIN Rock-Eval) et la teneur en carbone total déterminée au Leco CNS-2000 (C total Leco). Le point de COT élevé, en blanc, n'a pas été pris en compte dans cette corrélation.

Afin de vérifier les hypothèses énoncées ci-dessus et d'affiner la caractérisation de la MOS, différents traitements ont été appliqués à des échantillons de sol pris à différentes profondeurs (0-10, 30-40, 80-90 et 150-160 cm), en particulier dans le profil PAT 2. Les protocoles expérimentaux correspondants sont résumés en annexe, de même que les derniers essais (**Annexe 4**).

a- Elimination d'éventuels carbonates et/ou d'entités acido-solubles par attaque acide douce (HCl)

Bien que les Ferralsols soient réputés être dépourvus de carbonate nous avons jugé utile de vérifier d'abord l'absence effective de tels minéraux, ou plus généralement d'une éventuelle phases acido-soluble (e.g. oxalates).

Les analyses faites au Rock-Eval 6 et au Leco sur des échantillons ayant subi une attaque douce à l'HCl, montrent qu'il n'y a pas de différence entre les échantillons traités et le sol initial. Les valeurs de COT et Ct sont très proches de celles d'origine, peut être légèrement plus faibles, mais de manière non significative après attaque acide (**Tableau 15**). Les pics S2 semblent globalement conserver la même allure (**Figure 35**), seule une baisse des intensités est observée. Par contre, les valeurs de Cmin sont identiques ce qui prouve bien que l'émission résiduelle de CO₂ n'est due ni à des carbonates, ni à une quelconque phase acido-soluble.

Echantillon	Profondeur (cm)	Paramètres déterminés au Rock-Eval					Paramètres déterminés au LECO		
		TpS2	COT	CMIN	IH	IO	C total	N	C/N
		°C	%		mg/g de COT		%		-
hclp2 5	0-10	462	2,0	0,3	124	195	2,1	0,2	13
hclp2 5 bis	0-10	464	1,9	0,3	119	187	-	-	-
hclp2 35	30-40	445	0,7	0,2	138	333	0,9	0,1	9
hclp2 35 bis	30-40	460	0,6	0,2	122	322	-	-	-
hclp2 85	80-90	562	0,3	0,2	208	600	0,4	0,1	6
hclp2 85 bis	80-90	366	0,3	0,1	200	519	-	-	-
hclp2 155	150-160	564	0,2	0,1	263	737	0,3	0,1	6
hclp2 155 bis	150-160	560	0,1	0,1	264	929	-	-	-

Tableau 15 : Résultats de la pyrolyse Rock-Eval 6 et de la combustion Leco des échantillons de sol du profil PAT 2, prélevés entre 0-10, 30-40, 80-90 et 150-160 cm après attaque à l'HCl. Les échantillons notés "bis" sont ceux du 2^{ème} essai (cf. annexe 4).

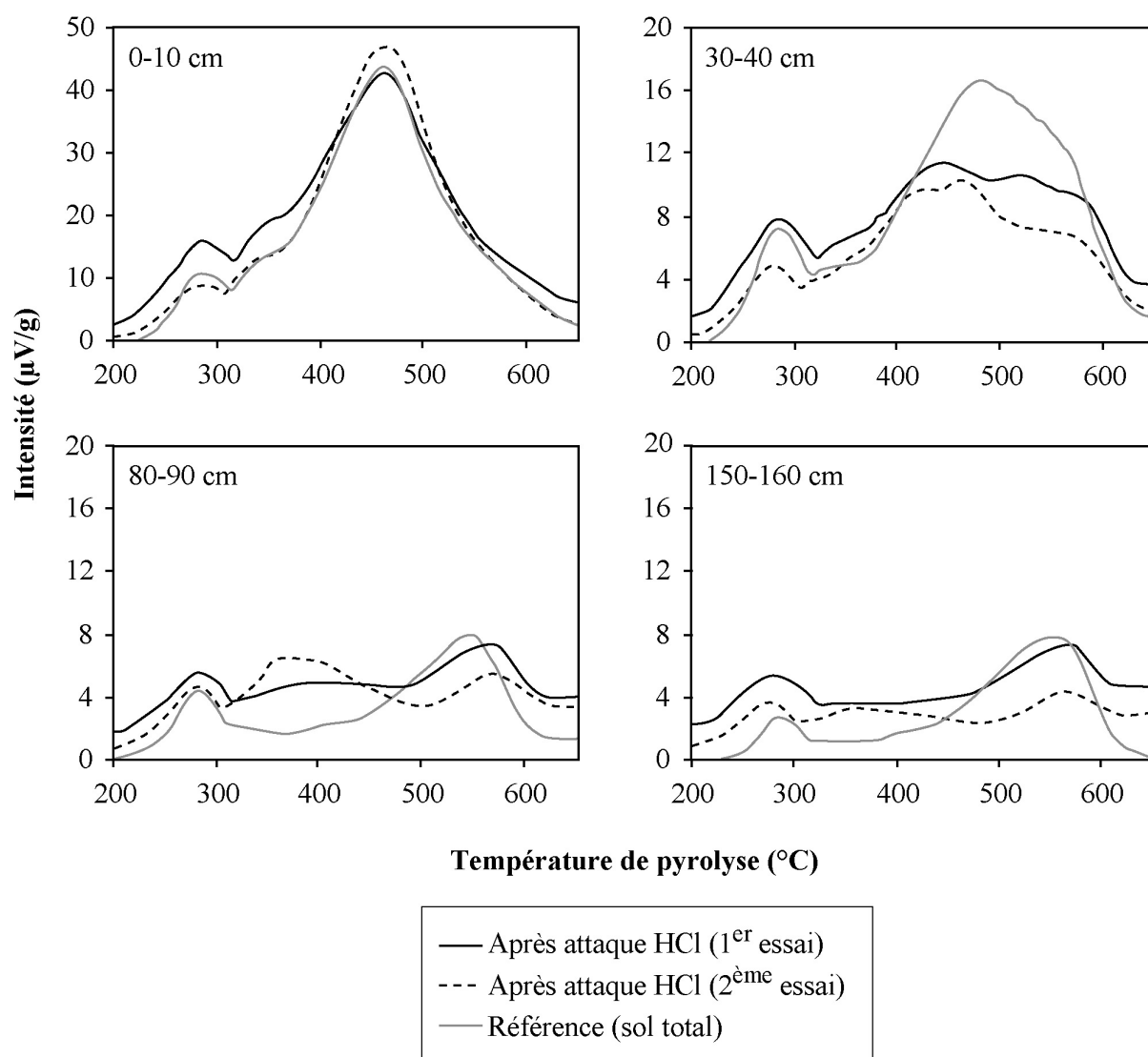


Figure 35 : Comparaison des signaux S2 du sol total avec ceux obtenus après attaque acide à HCl (37 %) durant 30 min (1^{er} essai), durant 1 h (2^{ème} essai) de ces mêmes échantillons prélevés à différentes profondeurs dans le profil PAT 2 (protocole Annexe 4).

b- Elimination des oxy-hydroxydes de fer (traitement au dithionite de Na)

Les raisons de l'application d'un tel traitement aux Ferralsols se fondent notamment sur des observations récentes de Jacob (2003). En effet, suite à l'analyse de sédiments lacustres récents riches en oxydes de fer provenant du Nord du Brésil, cet auteur a étudié les effets d'un ajout d'oxydes de fer lors de la pyrolyse de MO lacustre. Il a remarqué qu'il n'y avait pas d'effet sur les valeurs des TpS2, mais qu'en revanche, il y avait une diminution du pic S2. Cette diminution s'accompagne de celle de l'émission de CO au profit de celle du CO₂ ce que l'auteur interprète comme le résultat d'une oxydation du CO par les oxydes de fer, notamment la goëthite.

Dans le cas présent on observe que la valeur du COT des échantillons de sols traités par le dithionite de sodium ne varie pas (**Tableau 16**), l'allure des signaux de pyrolyse S2 originels étant bien préservée (**Figure 36**). On observe seulement un petit décalage des TpS2 vers des températures plus faibles, mais globalement cette différence observée est peu, voire non significative. Une des interprétations possibles de cette discordance avec les résultats de Jacob (2004) est que les oxydes de fer des sols étudiés ne soient pas réactifs, la goëthite n'ayant notamment pas été identifiée de façon certaine aux rayons X (cf. chap.3).

Profil	Echantillon	Profondeur (cm)	Paramètres déterminés au Rock-Eval				
			TpS2	COT	CMIN	IH	IO
			°C	%		mg/g de COT	
CER 1	dith CER1 5	5	444	2,6	0,4	191	176
	dith CER1 5 bis	5	443	2,5	0,4	182	183
	dith CER1 155	155	366	0,3	0,2	213	667
	dith CER1 155 bis	155	365	0,3	0,2	207	714
PAT 2	dith PAT2 5	5	409	2,4	0,4	122	214
	dith PAT2 5 bis	5	399	2,3	0,5	111	227
	dith PAT2 155	155	278	0,2	0,2	228	1167
	dith PAT2 155 bis	155	282	0,2	0,2	137	1105

Tableau 16 : Résultats de la pyrolyse Rock-Eval 6 des échantillons de sol des profils CER 1 et PAT 2, prélevés entre 0-10 et 150-160 cm après ajout de dithionite de Na. Les échantillons notés "bis" sont des répliqués.

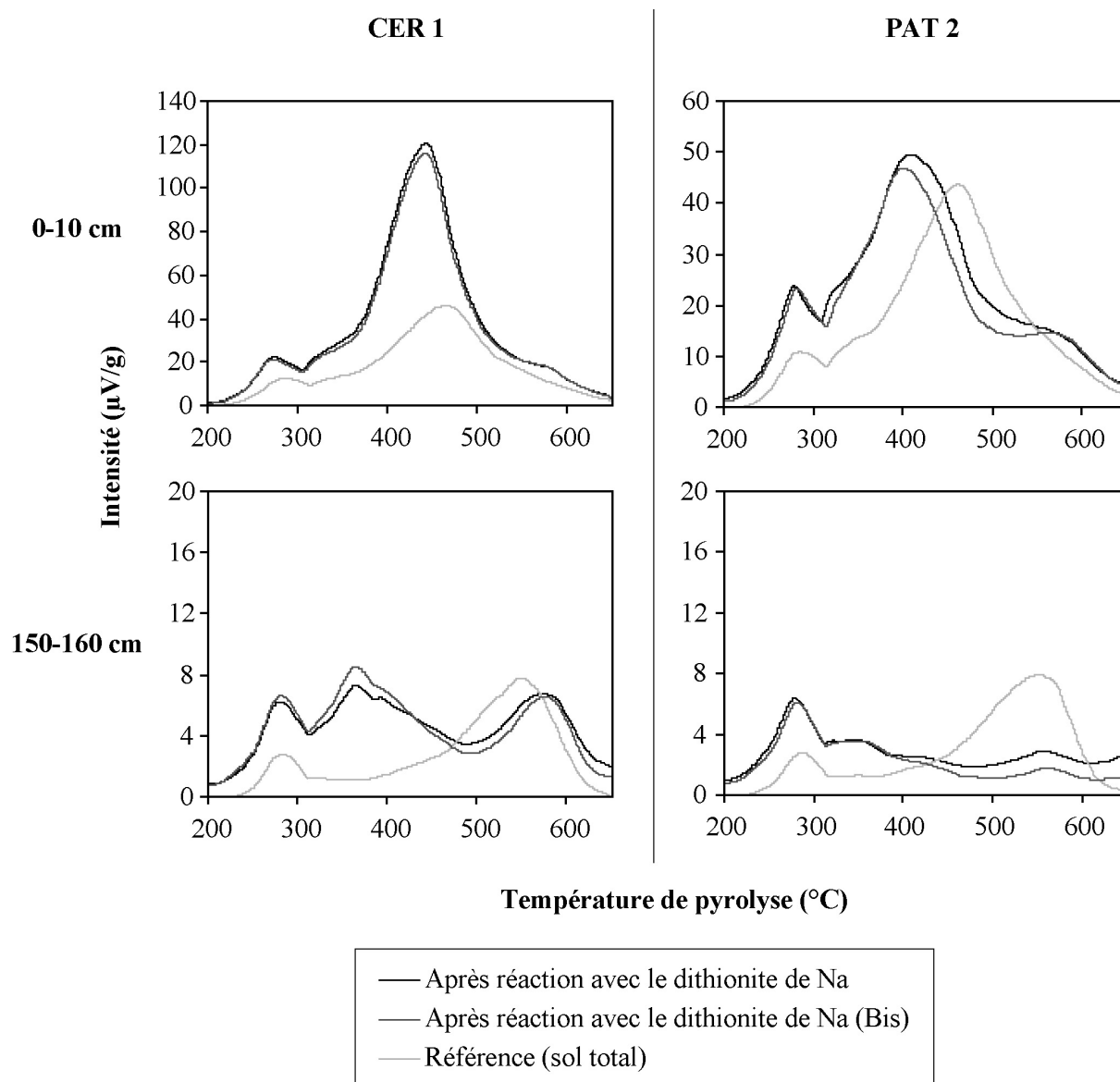


Figure 36 : Comparaison des signaux S2 du sol total avec ceux obtenus après ajout de dithionite de sodium à ces mêmes échantillons prélevés à 0-10 et 150-160 cm de profondeur dans les profils CER 1 et PAT 2 (protocole Annexe 4). Les échantillons notés "bis" sont des répliqués.

c- Dispersion du sol et dissolution des substances humiques (extraction à NaOH 0,1N)

Lorsque l'on compare les résultats de pyrolyse Rock-Eval obtenus avec des échantillons traités à la soude 0,1N puis rincés, avec ceux obtenus sur les échantillons de sol initiaux, on n'observe aucune différence significative (**Tableau 17**). Seule une petite diminution de l'intensité des pics est observée pour les échantillons pris en profondeur (> 80 cm; **Figure 37**). Ces essais soulignent l'apparente pauvreté en acides humiques de ces sols puisque le traitement à la soude paraît avoir été peu efficace. Ceci s'accorde bien avec les résultats obtenus lors de l'étude du carbone organique dissout (COD ; **annexe 4**) où seulement 20-30 % du C total avait été extrait par la soude, ce qui s'accorde globalement bien avec la faible diminution de l'intensité des pics S2 mise en évidence dans la présente étude.

Echantillon	Profondeur (cm)	Paramètres déterminés au Rock-Eval				
		TpS2	COT	CMIN	IH	IO
		°C	%		mg/g de COT	
naohP2 5 a	5	462	1,8	0,4	144	236
naohP2 5 b	5	464	1,7	0,3	136	241
naohP2 35 a	35	475	0,5	0,3	190	569
naohP2 35 b	35	476	0,5	0,2	155	528
naohP2 85 a	85	553	0,2	0,2	176	1095
naohP2 85 b	85	556	0,2	0,2	168	1211
naohP2 155 a	155	551	0,2	0,2	187	1533
naohP2 155 b	155	544	0,2	0,1	133	1467

Tableau 17 : Résultats de la pyrolyse Rock-Eval 6 des échantillons de sol du profil PAT 2 prélevés entre 0-10, 30-40, 80-90 et 150-160 cm après ajout de NaOH. L'échantillon noté "b" est le réplikat du "a".

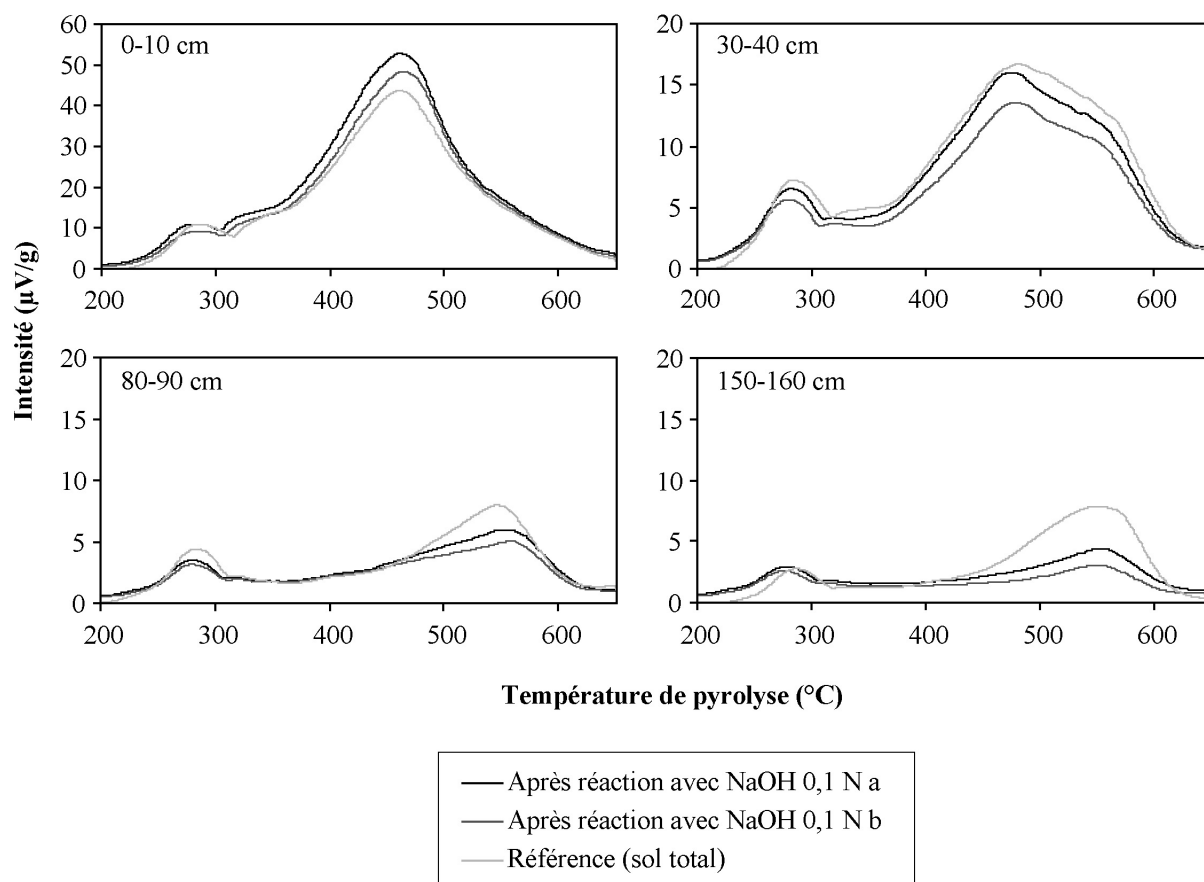


Figure 37 : Comparaison des signaux S2 du sol total avec ceux obtenus après extraction à la soude (NaOH 0,1N) (L'échantillon noté "b" est le réplikat du "a"), pour des échantillons prélevés à différentes profondeurs du profil PAT 2 (protocole **Annexe 4**).

d- Destruction de la matrice minérale (attaque acide HF-HCl)

Des échantillons de sol ont subi une attaque à l'acide chlorhydrique et fluorhydrique afin de détruire la matrice minérale et de concentrer ainsi la matière organique. Bien évidemment, la conséquence la plus immédiate de ce traitement est une élévation du COT (**Tableau 18**) ainsi que de l'intensité des pics S2 (**Figure 38**). Cependant, au delà de ce résultat attendu, on note aussi, voire surtout, un changement drastique de la forme du signal S2. Si l'on se fonde sur les signaux S2 des échantillons originels très étalés, notamment dans les horizons profonds du sol, tout se passe comme si les diverses composantes de ce signal s'étaient "regroupées" pour former un signal dont les TpS2 se situent entre 350 et 450 $^{\circ}\text{C}$. Les composantes extrêmes du signal initial ont disparu : celle initialement observée à haute température et la première composante qui culminait à 290 $^{\circ}\text{C}$ et qui n'est désormais plus aussi nette. En fait, toutes les

composantes "constantes" du sol semblent avoir disparu ou plutôt s'être transformées lors de l'attaque acide. Une possible explication de ce phénomène réside en un "effet de matrice minérale" à l'instar de ceux mis en évidence par Espitalié et al. (1984) pour des échantillons de roches sédimentaires de composition diverse, renfermant de la matière organique ayant atteint le stade pétrologène. Dans le cas présent, s'agissant de sols, nous pouvons émettre l'hypothèse que l'attaque acide a détruit ces complexes de type "argilo-humique" dans lesquels la matière organique était protégée et stabilisée. Ceci entraînerait ainsi l'apparition d'un signal S2 vers des températures de pyrolyse plus faibles. Cette hypothèse sera examinée dans le paragraphe suivant.

Profil	Echantillon	Profondeur (cm)	Paramètres déterminés au Rock-Eval				
			TpS2	COT	CMIN	IH	IO
			°C	%		mg/g de COT	
CER 1	moC1 5	5	426	18,2	1,0	295	105
	moC1 35	35	444	3,2	0,4	138	168
	moC1 85	85	437	3,8	0,3	178	138
	moC1 155	155	439	2,2	0,3	137	157
CER 2	moC2 5	5	426	29,0	1,5	255	100
	moC2 35	35	451	8,2	0,6	151	122
	moC2 85	85	445	6,0	0,5	133	131
	moC2 155	155	442	3,2	0,3	113	131
PAT 1	moP1 5	5	334	11,9	0,7	243	105
	moP1 35	35	446	2,7	0,3	150	160
	moP1 85	85	443	1,9	0,2	141	157
	moP1 155	155	440	1,2	0,2	119	150
PAT 2	moP2 5	5	424	26,8	1,2	252	96
	moP2 35	35	450	7,3	0,5	162	119
	moP2 85	85	443	4,4	0,4	122	140
	moP2 155	155	438	3,8	0,3	122	141
PAT 3	moP3 5	5	423	22,1	1,2	254	103
	moP3 35	35	445	4,9	0,5	141	132
	moP3 85	85	451	4,6	0,4	128	128
	moP3 155	155	443	3,5	0,3	108	130

Tableau 18 : Résultats de la pyrolyse Rock-Eval 6 des échantillons de sol des profils PAT 2 prélevés entre 0-10, 30-40, 80-90 et 150-160 cm après attaque à l'HCl et HF.

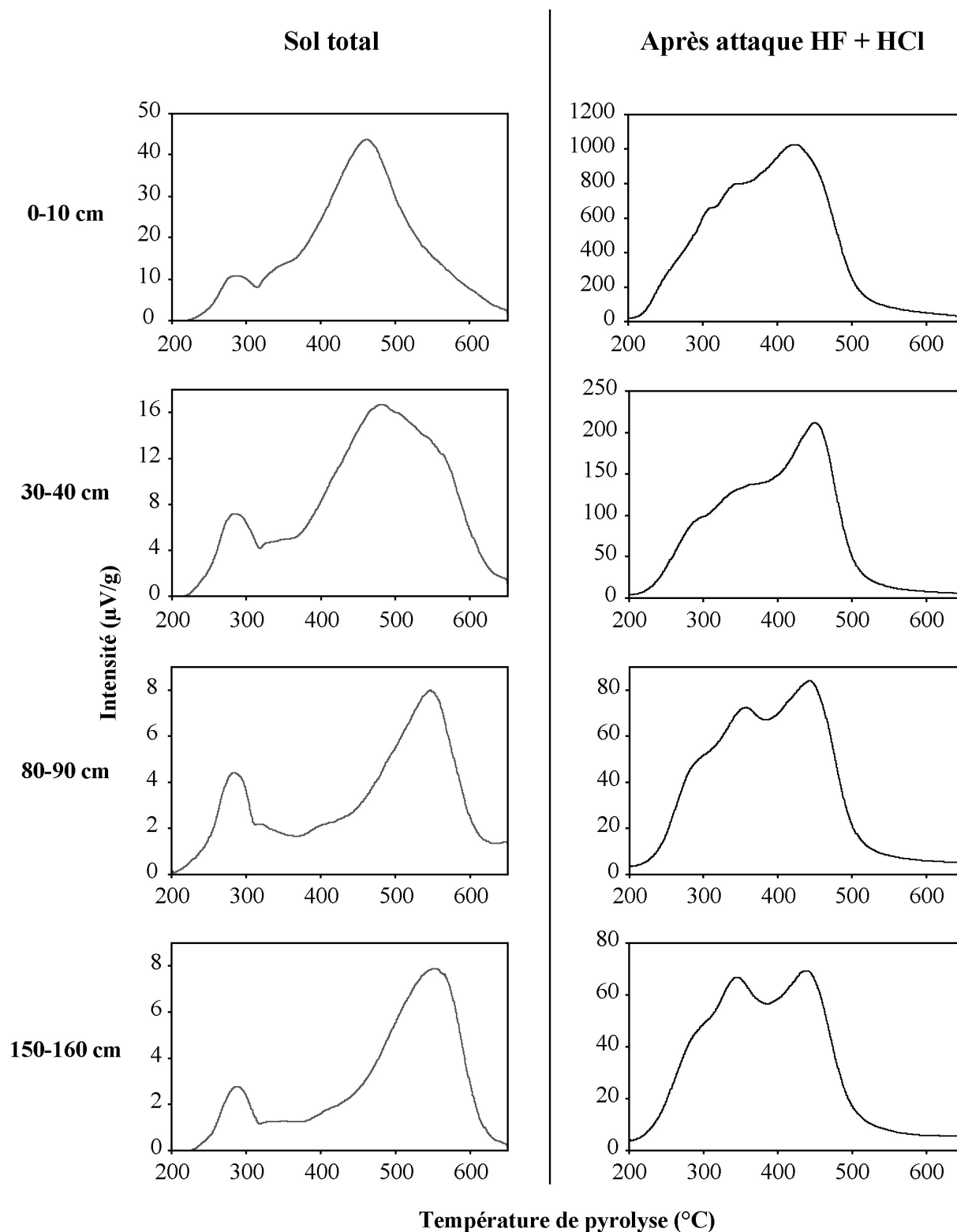


Figure 38 : Comparaison des signaux S2 du sol total (à gauche) avec ceux obtenus après attaque à l'acide fluorhydrique suivie d'une attaque à l'acide chlorhydrique (HF+HCl) de ces mêmes échantillons prélevés à différentes profondeurs dans le profil PAT 2 (protocole Annexe 4).

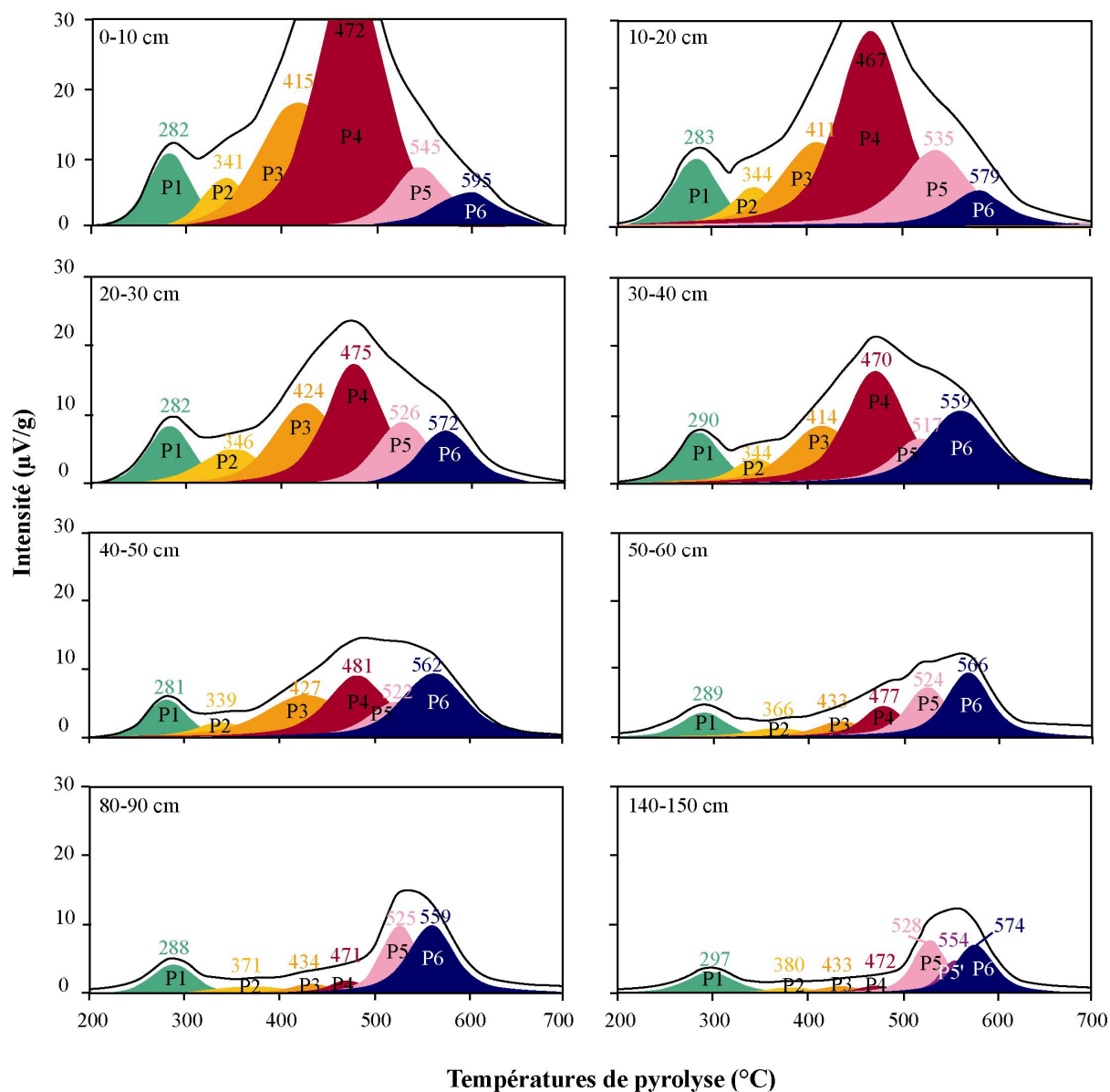


Figure 39 : Déconvolution des pics S2 des échantillons de sol total du profil CER 1 prélevés à différentes profondeurs, réalisée par l'utilisation de simples courbes Voïgtiennes. Six composantes élémentaires (P1, P2, P3, P4, P5 et P6) sont nécessaires pour décrire la forme du pic S2.

2- Essai d'interprétation des particularités des signaux de pyrolyse S2 des échantillons de Ferralsols

Afin de mieux comprendre l'origine de la variation du TpS2 avec la profondeur, une déconvolution des pics S2 a été réalisée par l'utilisation de simples courbes Voïgtiennes à l'aide du logiciel PeakFit (exemple pour le profil CER 1 **Figure 39**). Pour les 5 profils de sol, six composantes élémentaires (P1, P2, P3, P4, P5 et P6) apparaissent nécessaires pour décrire la forme du pic S2. Ces 6 composantes ont des températures maximales respectivement voisines de 290, 360, 420, 470, 520 et 570 °C.

A partir des travaux de Disnar et al. (2003) et de ceux de Sebag et al. (2005) trois principaux compartiments organiques peuvent être mis en évidence : i) des composés plutôt labiles avec des TpS2 compris entre 290 et 420 °C (rassemble les composantes P1, P2 et P3) ; ii) des composés de type humique avec des TpS2 voisins de 470 °C (composante P4) ; iii) une fraction réfractaire dont les TpS2 sont compris entre 520 et 570 °C (i.e. en regroupant les composantes P5 et P6). La diminution rapide des intensités des composantes P2, P3 et P4 avec la profondeur marque avant tout la diminution progressive de la concentration de la MOS, et ce, tant en ce qui concerne ses termes humifiés (P4) que ceux qui ne le sont *a priori* pas ou peu (P3, P2). En revanche, la composante de basse température (P1), ainsi que celles de haute température (P5 et P6) semblent relativement stables dans tout le profil. La persistance du pic vers 290 °C (P1) pourrait peut-être s'expliquer par la présence de racines dans tout le profil de sol. Il correspondrait alors à une entrée constante de matériel labile à toute profondeur. Mais cela reste une hypothèse, car lorsque l'on compare ce pic au signal S2 obtenu pour les racines de *Brachiaria brizantha*, on retrouve bien un pic vers 300 °C, mais le pic principal se situe à des températures de pyrolyse de 360 °C environ. Or, ce pic ne se retrouve pas parmi les composantes que nous avons déterminées pour le sol. Une autre hypothèse sur la présence de ce pic à 290 °C consiste à invoquer des acides fulviques dont la migration *per descensum* serait favorisée par la forte porosité du sol et sa faible CEC (Volkoff et Cerri, 1988). Cependant, les résultats de l'essai de dispersion et dissolution des acides fulviques et humiques alcalino-solubles n'ont pas permis de confirmer cette hypothèse, la soude n'ayant apparemment extrait qu'une faible proportion de la MO (ca. 20 à 30 % de C organique ; **Annexe 4**). Ceci est globalement cohérent avec des données antérieures sur les teneurs de composés humiques dans les Ferralsols (e.g. environ 40 % ; Volkoff et Cerri, 1988). Faute d'explication sur l'origine de ce pic P1, nous nous sommes tournés vers les autres

composantes inhabituelles du signal S2, dans l'idée de leur trouver éventuellement une explication commune.

Le caractère *a priori* réfractaire des composantes de haute température P5 et P6, amenait d'emblée à envisager qu'elles puissent être dues à la présence de charbons de bois apparemment très nombreux dans tous les profils. Un argument supplémentaire en ce sens était apporté par l'impression que la proportion de ce matériel s'accroissait avec la profondeur dans les concentrés de MOS observés sous le microscope (analyse des palynofaciès : **Annexe 4**). En d'autres termes, les charbons de bois semblaient présents en concentration quasi constante dans les profils étudiés, comme paraissent aussi l'être les composantes P5 et P6. Or, si l'on considère l'absence ou la quasi absence de signal S2 lors de la pyrolyse de charbons isolés (cf. §IV2a et **Figure 29**), ceux-ci ne peuvent être invoqués comme la cause des composantes P5 et P6. De même, on ne retrouve pas ces composantes P5 et P6 de haute température après destruction de la matrice minérale par attaque acide HCl-HF (**Figure 39**). Pourtant, ce traitement d'isolement de la MO qui est couramment employé pour réaliser des préparations dites de palynofaciès est bien connu pour bien préserver les constituants organiques figurés, y compris et voire avant tout les charbons de bois (Vannière et Laggoun-Défarge, 2002).

L'absence des composantes réfractaires P5 et P6 lors de la pyrolyse des concentrés de MOS obtenus après attaque HCl-HF oblige donc à envisager les deux hypothèses suivantes qui ne s'excluent d'ailleurs pas mutuellement : soit l'attaque acide HCl-HF déstabilise et fragilise la matière organique restante ce qui entraîne alors une dégradation thermique à plus basse température lors de la pyrolyse, soit il s'agit d'un effet de matrice minérale (cf ; § V.1.d. ; Espitalié et al., 1984). La première hypothèse apparaît très peu vraisemblable si l'on considère que l'allure des signaux S2 produits lors de la pyrolyse des concentrés de MOS et la gamme de température dans laquelle ils se forment, sont tout à fait conformes à ceux que l'on obtient avec des échantillons de sols autres que des Ferralsols, (litières comprises) qui ne montrent pas de composante S2 de haute température (Disnar et al., 2003 ; Sebag et al., 2005). Reste alors la seconde hypothèse, c'est-à-dire l'existence d'un effet de matrice minérale. Ce phénomène peut se manifester de diverses manières. Selon Espitalié et al. (1984), avec des minéraux argileux, il se marque essentiellement par l'adsorption d'effluents de pyrolyse hydrocarbonés qui subissent ultérieurement une carbonisation (avec émission d'hydrogène moléculaire). Globalement, ceci se traduit par une diminution de l'intensité du signal S2. Selon ces auteurs, l'intensité de cet effet de matrice minérale est très modeste avec la kaolinite, mais important avec la montmorillonite et l'illite. Par ailleurs, Disnar et Trichet

(1984) ont constaté que la complexation de divers cations métalliques par une MO sédimentaire actuelle, entraînait un déplacement positif ou négatif modeste, mais néanmoins significatif de la température de pyrolyse (Tmax) des composantes du signal S2. L'effet de matrice minérale incriminé pour nos Ferralsols se rapprocherait *a priori* plutôt de ce second type d'effet, avec un déplacement marqué de la température de pyrolyse, mais vraisemblablement sans diminution notable d'intensité du signal S2. Parmi les phases susceptibles de provoquer un tel effet, trois des composantes majeures semblent d'emblée être à exclure. Par référence aux travaux d'Espitalié et al. (1984), il s'agit d'abord de la kaolinite (sous réserve de la différence de composition de la MO que ces auteurs ont employée par rapport à celle des Ferralsols). Il s'agit ensuite des oxydes de fer puisque l'attaque de ces phases par le dithionite de sodium n'a pas entraîné de modification significative du pic S2 des échantillons étudiés (cf. §V1b). Enfin, la gibbsite peut *a priori* être écartée puisque les échantillons de sols ferralitiques avec lesquels Disnar et al. (2003) ont précédemment mis en évidence des composantes de pyrolyse de haute température, provenaient de régions d'Afrique où les sols développés sur granite et ou gneiss, sont pauvres en gibbsite (B. Guillet, comm pers.). Nous n'avons pas poussé plus avant les investigations à mener pour tenter de préciser l'origine du processus en cause, le type d'association envisagé pouvant éventuellement être difficile à reproduire en l'absence de la participation d'un processus ou agent particulier.

VI- Conclusion

A l'issue de cette étude de la MO, nous pouvons conclure que :

- La diminution rapide mais progressive du COT avec la profondeur est caractéristique d'un profil de sol humifié et montre des valeurs semblables quelle que soit l'utilisation du sol. De même, aucune différence significative dans la distribution de la MO et sa composition n'est apparue lors de la confrontation des résultats de caractérisation de la MOS sous végétation naturelle et sous pâturages d'âges divers. Tout ceci s'expliquerait par l'existence d'un très rapide "turn-over" vraisemblablement dû à une forte activité faunique (termites, notamment) et microbienne.
- La confrontation Leco vs. Rock-Eval 6, ainsi que l'analyse des données fournies par cette dernière méthode, permettent de mettre en évidence divers indices d'une réactivité particulière des Ferralsols et/ou de la MO qu'ils renferment. La différence des valeurs de COT obtenues grâce au Rock-Eval et au Leco est partiellement attribuée à une émission de CO₂ "organique" au-delà de la température critique de 400 °C (Espitalié et al., 1984).
- La complexité du pic S2 donne des informations simples et directes sur l'hétérogénéité de la MOS et son degré d'évolution. A cet égard, les Ferralsols se caractérisent par une composante "réfractaire", de haute température. Cette composante ne peut être attribuée aux charbons de bois, ceux-ci ne fournissant aucun signal de pyrolyse significatif. De même, les extractions et attaques acides effectuées lors de cette étude, ont permis de confirmer l'absence d'éventuels carbonates et/ou entités acido-solubles, de réfuter un possible rôle des oxydes de fer dans des associations entre oxydes, kaolinite et matière(s) organique(s) et de souligner l'importance du rôle de la matrice minérale dans la protection de la MO ou "effet de matrice minérale".

**Chapitre V - Structure et porosité : nature et mode
d'assemblage des microagrégats**

I- Introduction

Les constituants organiques et minéraux des sols sont associés de diverses manières pour constituer des ensembles plus ou moins complexes qui confèrent aux sols ce que l'on appelle leur structure (Duchaufour, 2001 ; Calvet, 2003). Les particules minérales élémentaires ou primaires, c'est-à-dire les particules de la taille des sables, limons et argiles forment ainsi des assemblages que l'on appelle des agrégats (Baver et al., 1972).

La structure peut être étudiée et décrite de deux manières complémentaires : soit par l'étude et la description de la géométrie de la phase solide, soit par l'étude et la description des vides ménagés par la phase solide, c'est à dire l'espace poral. D'après le « Département de l'Agriculture » des USA (Soil Survey Staff, USDA, 1951), la structure est le résultat de l'agrégation des particules primaires en assemblages, appelés agrégats (ou "peds"), séparés par des surfaces de moindre résistance. Les agrégats ne résultent pas de la fragmentation d'un ensemble de plus grande taille. Ils constituent des objets à part entière et ne doivent pas être appelés "fragments". Ainsi, selon Baize (2004) et le Glossaire de Pédologie (1969), un agrégat est une unité naturelle tridimensionnelle d'un ensemble cohérent et défini de particules élémentaires. Lorsque le sol est cultivé, les éléments structuraux des horizons affectés par le travail du sol résultent de l'action des outils, du climat et souvent, dans une moindre mesure de l'activité biologique. On parle alors de mottes, de terre fine ou encore d'état interne et d'élément structural (Manichon, 1982).

Sous végétation naturelle les Ferralsols se caractérisent par l'absence ou le faible développement d'agrégats de taille macroscopique (cf. chapitre 1). En revanche, des agrégats de taille sub-millimétriques (microagrégats) sont très nombreux et constituent une microstructure très développée.

Dans ce chapitre, nous procéderons dans un premier temps à une analyse morphologique détaillée de la structure à différentes échelles afin d'identifier les unités structurales élémentaires et leurs modes d'assemblage. Dans un deuxième temps, nous verrons dans quelle mesure les microagrégats, qui sont généralement considérés comme des édifices très stables, se comportent effectivement comme des édifices rigides lors des phases d'humectation-dessiccation. Enfin, dans un troisième temps, une analyse de la relation entre le développement de la microagrégation et celui de la porosité sera réalisée.

II- Analyse morphologique de la structure

1- Matériels et méthodes

La structure des horizons composants les 5 profils de Ferralsols (CER 1, CER 2, PAT 1, PAT 2 et PAT 3) a tout d'abord été analysée sur le terrain. Puis, pour pouvoir réaliser une analyse plus détaillée en microscopie, des échantillons orientés et non perturbés, correspondant aux 4 horizons (A, AB, Bw1 et Bw2) identifiés plus haut (cf. chapitre 2), ont été prélevés à 0-10 cm, 30-40 cm, 80-90 cm (ou 90-100 cm pour le profil CER 2) et 150-160 cm (ou 140-150 cm pour le profil PAT 1). Les prélèvements d'échantillons ont été réalisés à l'aide de boîtes métalliques afin de faciliter le transport et de conserver en place la structure du sol (**Figure 40 ci-contre**).



Figure 40 : Position des échantillons du profil CER 2, prélevés en place à l'aide de boîtes métalliques.

Les lames minces de sol ont été réalisées selon la méthode INRA (Le Lay, 1997). Les échantillons ont été séchés à l'air (température ambiante pendant 1 semaine, puis 24 h en étuve à 30-35 °C) et imprégnés avec une résine polyester dans une enceinte à vide sous une dépression de 400 mm de Hg. Une fois l'échantillon totalement recouvert par la résine, on ramène l'enceinte à la pression atmosphérique. Le bac est ensuite placé à température ambiante pendant 3 à 4 semaines. Enfin, l'échantillon est mis à l'étuve à 35 °C pendant 2 à 3 jours de façon à obtenir une polymérisation totale de la résine.

L'échantillon ainsi consolidé est débité en plaquette de 5 à 7 mm d'épaisseur orientée verticalement, que l'on colle sur une lame de verre. La plaquette est ensuite abrasée de plus en plus finement jusqu'à l'obtention d'une épaisseur de 25 à 30 µm. Enfin, les lames minces ainsi obtenues ont subi un micropolissage qui permettra de les observer en microscopie électronique en mode électrons rétrodiffusés.

Dans un premier temps les lames minces ont été scannées afin d'avoir une vision de l'ensemble de la structure de l'échantillon à l'échelle de la lame. Dans un deuxième temps, des méthodes d'observation classiques ont été mises en œuvre telles que le microscope

optique à lumière transmise et réfléchi ainsi que des méthodes de microscopie électronique à balayage (MEB) en mode électrons rétrodiffusés. Dans ce dernier cas, les lames ont été métallisées au carbone avant observation.

Par ailleurs, des microagrégats séchés à l'air ont été observés sans métallisation au préalable, à l'aide d'un microscope FESEM Hitachi 4200 à une tension de 2 kV en mode électrons secondaires.

2- Analyse macroscopique de la structure sur le terrain

Pour rappel, les 5 profils de Ferralsols étudiés montrent 4 horizons distincts A, AB, Bw1 et Bw2 (cf. chap. 2 et **Figure 41**). Sous végétation naturelle de type Cerradão, le système racinaire est moyennement dense, très hétérogène et les racines sont de taille très variable et s'observent au moins jusqu'à 150 cm de profondeur. Sous pâturage semé en *Brachiaria brizantha*, il y a, dans l'horizon A, une forte densité de racines fines à très fines (2 mm à <1 mm) dont la répartition est homogène et dense. Elle est plus hétérogène et moins dense dans l'horizon AB et hétérogène et de moins en moins abondante, mais toujours présente, dans les horizons profonds. Ainsi, les racines sont présentes au moins jusqu'à 150 cm de profondeur.

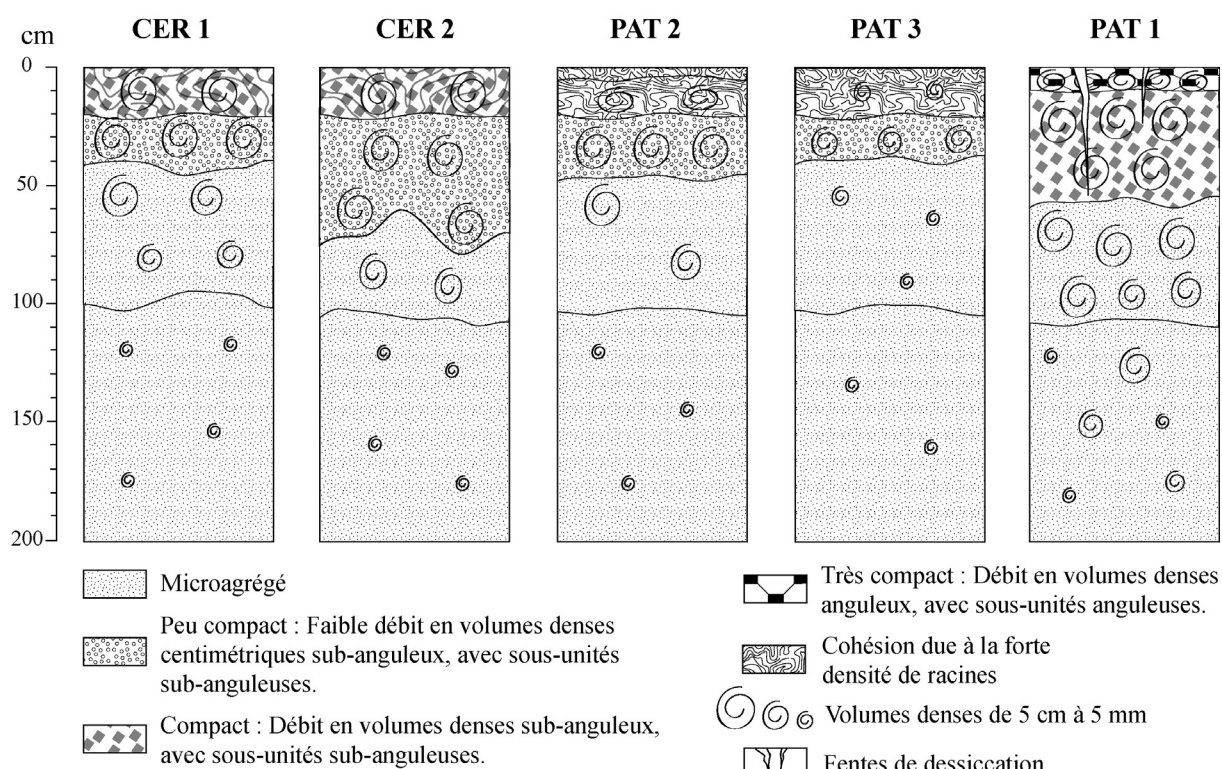


Figure 41 : Schéma représentant la structure observée à l'échelle du terrain, pour les 5 profils étudiés.

L'analyse macroscopique sur le terrain confirme l'absence de macrostructure au sens où on l'entend habituellement, ou du moins son très faible développement, au sein de la plupart des horizons¹. En revanche, on distingue aisément des volumes denses à cohésion élevée qui résistent à l'écrasement ou l'éclatement sous une faible pression exercée par les doigts. Ces "volumes denses" de plusieurs dizaines de millimètres cubes à plusieurs centimètres cubes de volume (**Figure 42**) sont le plus souvent en quelque sorte noyés au sein d'un assemblage lâche à très lâche de microagrégats. Ces microagrégats forment une "matrice microagrégée" de faible cohésion (en surface) à très faible cohésion (en profondeur) (**Figure 42**).

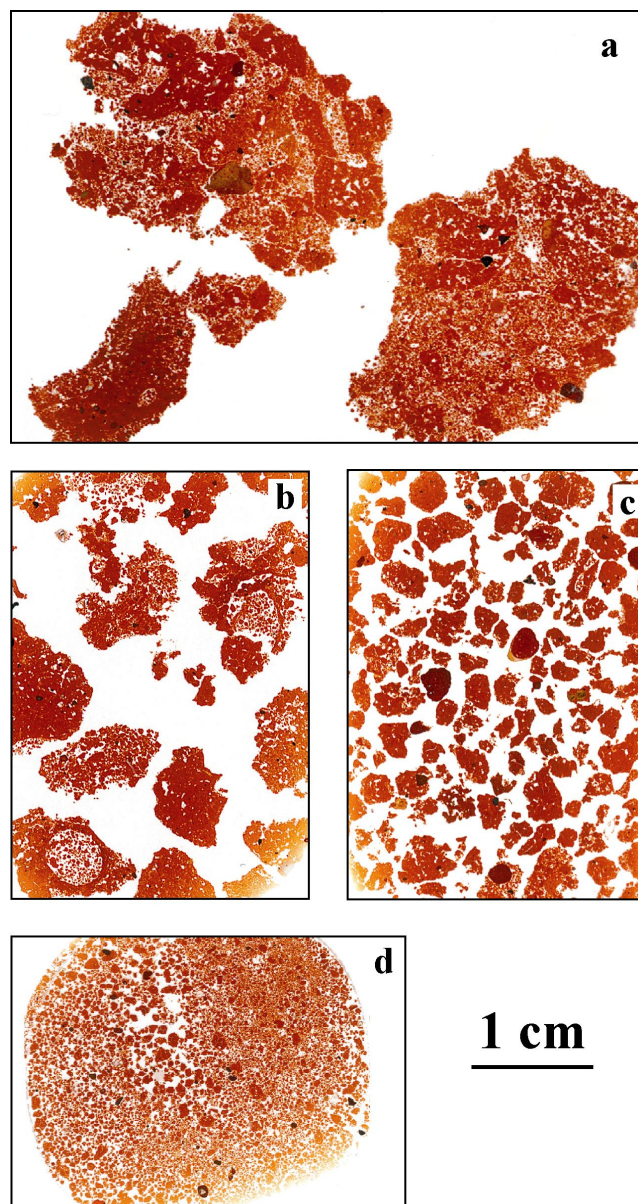


Figure 42 : Lames minces scannées des différents objets structuraux constituant les sols étudiés séparés à la main et par tamisage ; a) volumes denses centimétriques ; b) volumes denses de 5 mm à 1 cm ; c) volumes denses de 2 à 5 mm ; d) matrice microagrégée constituée par un ensemble lâche de microagrégats < 1 mm.

¹ De nombreuses galeries, chambres de termitières et fourmilières ont été observées dans les 5 profils principalement entre la surface et 100 cm de profondeur.

a- L'horizon A

Sous Cerradão, l'horizon A (0 à 20 cm), présente un assemblage compact de volumes denses sub-anguleux à sub-arrondis de taille centimétrique qui se débitent très facilement en volumes denses de plus petite taille (**Figure 41**). De nombreux microagrégats présents au sein des volumes denses, leur confèrent une certaine friabilité mais la matrice microagrégée juxtaposée à ces volumes denses est en revanche très peu présente. Sous pâturage, cet horizon A montre une cohésion essentiellement liée au système racinaire qui est très dense (**Figure 41**). Il n'y a que très peu de volumes denses sub-anguleux à sub-arrondis centimétriques alors que la matrice microagrégée y est très développée. Le profil PAT 1 fait exception : l'horizon A est très compact, avec un débit polyédrique de taille centimétrique, bien marqué et quelques fentes de dessiccation (**Figure 41**).

b- L'horizon AB

L'horizon de transition AB (20 à 50-80 cm) montre une limite inférieure généralement floue et très variable (particulièrement bien illustrée dans le profil CER 2). Il est plus compact que les autres horizons avec une prédominance des volumes denses centimétriques sub-anguleux, par rapport à la matrice microagrégée (**Figure 41**). Le profil PAT 3 semble être un peu plus microagrégé que les autres profils, au niveau de l'horizon AB, mais aussi dans son ensemble. Au contraire, le profil PAT 1 montre un horizon AB très compact avec une forte proportion de volumes denses sub-anguleux centimétriques qui se débitent plus difficilement en volumes de plus petite taille (**Figure 41**). La matrice microagrégée y est quasiment absente et quelques fentes de dessiccation ont été observées.

c- Les horizons Bw1 et Bw2

L'horizon Bw1 (environ 50-100 cm) montre encore quelques volumes denses centimétriques se débitant facilement en volumes de plus petite taille, mais la fraction microagrégée domine largement (**Figure 41**). Le profil PAT 1 fait encore exception et montre, à cette profondeur, une proportion de volumes denses centimétriques supérieure ou égale à celle de la matrice microagrégée. La limite inférieure de cet horizon qui a été fixée vers 100 cm de profondeur, pour tous les profils, se base uniquement sur la quantité de volumes denses qui diminue progressivement avec la profondeur. Ainsi, dans l'horizon profond Bw2 (100->200 cm), la matrice microagrégée prédomine largement sur les volumes denses qui restent néanmoins

présents en très faible quantité (**Figure 41**). Pour le profil PAT 1, les volumes denses sont un peu plus nombreux que pour les autres profils, mais à 150 cm de profondeur, on retrouve une proportion de matrice microagrégée semblable à celle des autres profils (**Figure 41**).

La macrostructure n'étant que très peu développée dans ces sols, nous allons plutôt nous intéresser à la microstructure. Elle est en première analyse formée par des microagrégats dont la forme est sub-sphérique (pseudosables) et la taille sub-millimétrique.

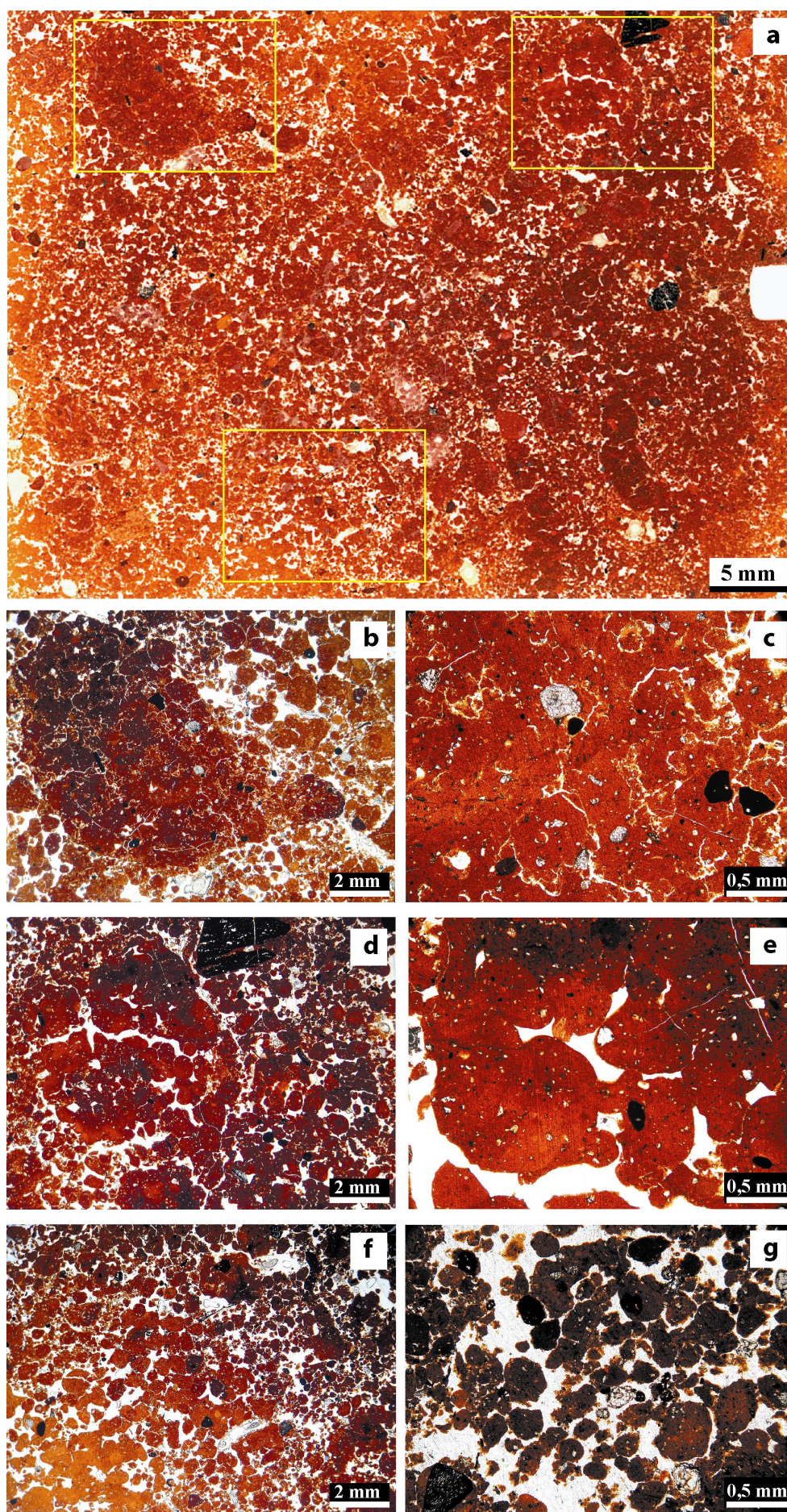
3- Analyse microscopique du mode d'assemblage des microagrégats

Pour cette étude, nous considérons que les horizons des 4 profils CER 1, CER 2, PAT 2 et PAT 3 possèdent une structure qui résulte de la juxtaposition de volumes denses et d'une matrice microagrégée, les proportions entre ces deux phases variant entre les horizons. C'est pourquoi, pour décrire le mode d'assemblage des microagrégats, nous avons décidé de baser notre description sur une lame mince par horizon, celle qui nous paraissait être la plus représentative. Par contre, le profil PAT 1, qui jusqu'à présent s'est toujours différencié des autres (cf. ci-dessus et chap. 3), sera étudié séparément. Cette étude est basée sur l'observation de lames-minces scannées et photographiées sous binoculaire.

a- Mode d'assemblage au sein de l'horizon A

Pour représenter l'horizon de surface A, nous avons pris l'exemple du profil PAT 2 dont l'échantillon étudié a été prélevé entre 0 et 10 cm de profondeur (**Figure 43**). On y observe des zones optiquement plus denses, qui correspondraient vraisemblablement à ce que nous avons appelé précédemment des volumes denses. Ces zones sont ici < 1 cm et montrent deux types d'assemblage : i) un assemblage que l'on qualifiera de "en mosaïque" avec des vides planaires délimitant des objets sub-anguleux (**Figure 43b et c**), cet assemblage devant présenter une certaine friabilité en raison de la présence des vides, ii) et un assemblage avec des vides polyconcaves (en étoiles) très nets et un matériel plus dense (**Figure 43d et e**), cet assemblage devant présenter une cohésion plus élevée que le précédent. Les zones denses sont présentes au sein d'un assemblage de microagrégats de taille variable assemblés de façon lâche (**Figure 43 f et g**).

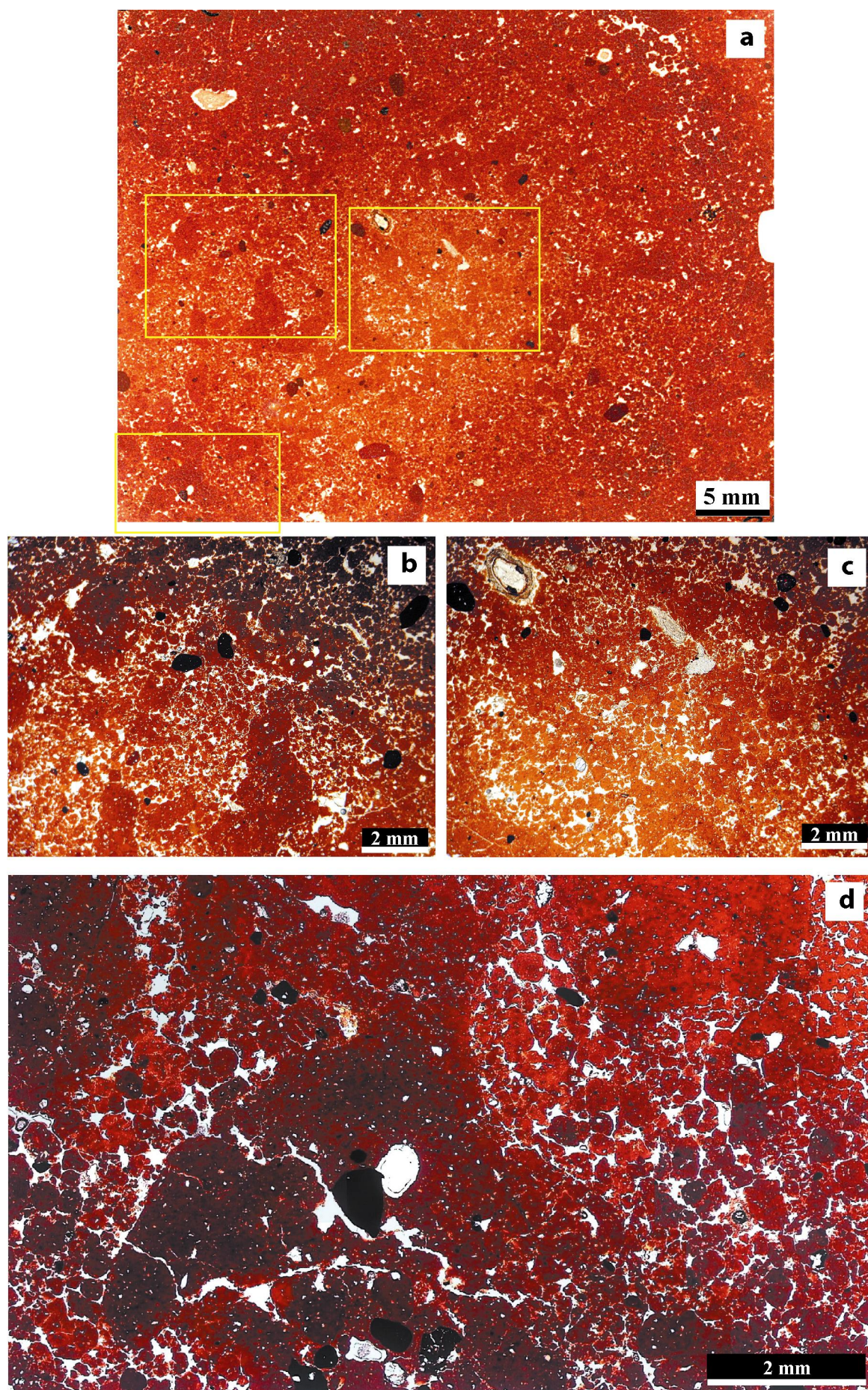
Figure 43 (page suivante) : microstructure du profil de sol PAT 2, entre 0 et 10 cm de profondeur ; a) aperçu de la microstructure générale de la lame mince scannée et positions des photos b, d et f (de haut en bas et de gauche à droite) ; b) zone dense dont l'assemblage est dit "en mosaïque" ; c) zoom de (b) structure en mosaïque ; d) zone dense avec des vides polyconcaves ; e) zoom de (d) vides polyconcaves ; f) zone microagrégée, mais quelques microagrégats sont accolés entre eux ; g) zoom sur une zone microagrégée.



b- Mode d'assemblage au sein de l'horizon AB

La microstructure de l'horizon de transition AB est présentée à partir de l'observation d'un échantillon prélevé entre 30 et 40 cm de profondeur du profil PAT 3 (**Figure 44**). Beaucoup de zones denses sont présentes dans cet horizon. D'ailleurs, la lame-mince paraît elle-même plus sombre que les lames observées pour les autres horizons. Ces zones denses sont de taille variable, mais pour la majorité d'entre elles la taille est < 1 cm. Leur assemblage est soit compact avec très peu de vides, soit du type ii) décrit ci-dessus, avec des vides de forme étoilée (**Figure 44b, c et d**). Ces zones plus denses présentent un certain degré de continuité et paraissent plus homogènes que pour l'horizon A. De nombreuses cavités, probablement d'origine biologique, généralement comblées par du matériel microagrégé assemblé de façon lâche, ont également été observées dans cet horizon.

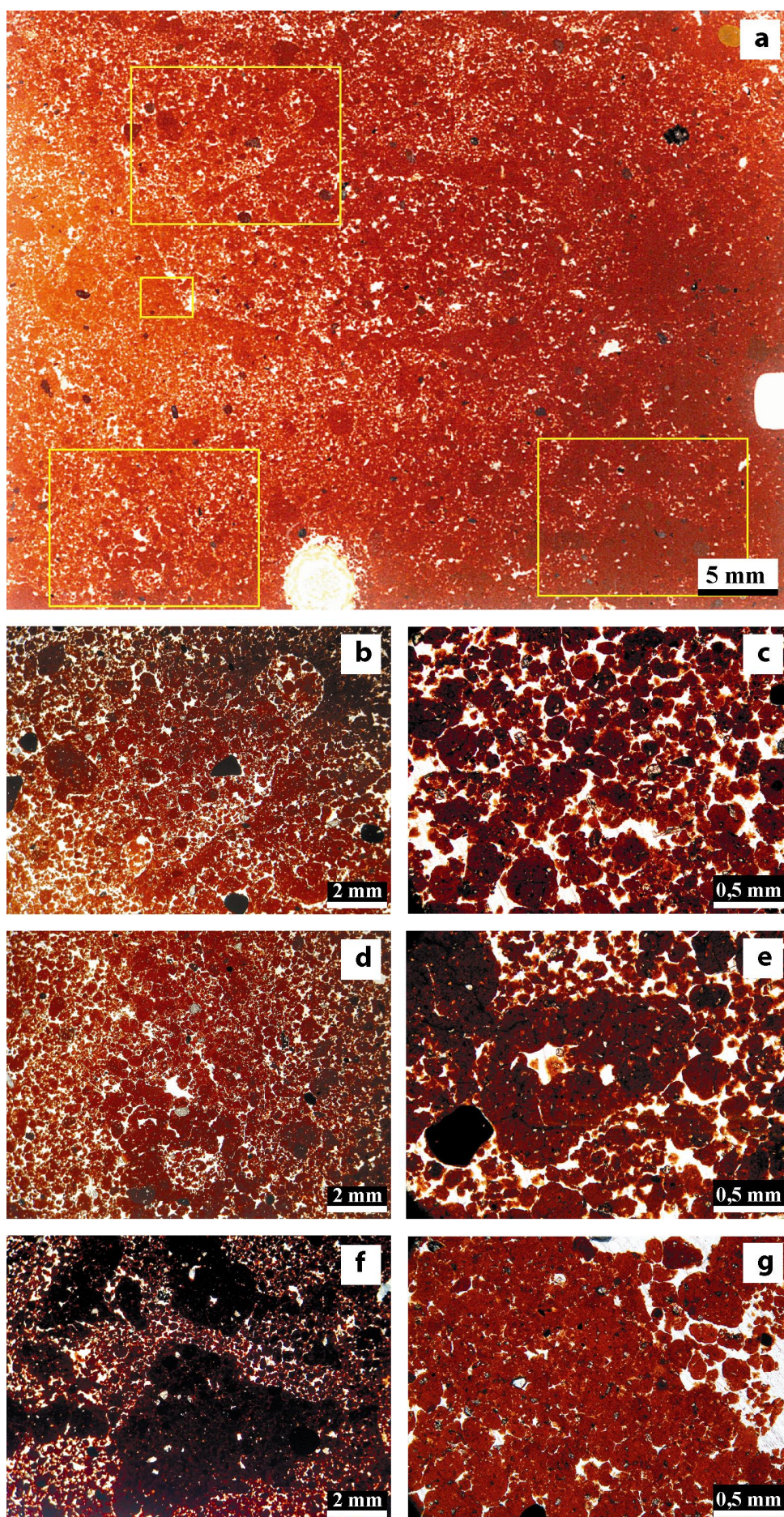
Figure 44 (page suivante) : microstructure du profil de sol PAT 3, entre 30 et 40 cm de profondeur ; a) aperçu de la microstructure générale de la lame mince scannée et positions des photos b, c et d ; b), c) et d) agencement des zones denses (montrant des vides de forme étoilée), plus ou moins accolées entre elles, avec des zones microagrégées dont les microagrégats sont très jointifs les uns avec les autres.



c- Mode d'assemblage au sein de l'horizon Bw1

Le mode d'assemblage des microagrégats dans l'horizon Bw1 est illustré par des observations réalisées sur un échantillon prélevé entre 80 et 90 cm de profondeur dans le profil PAT 3 (**Figure 45**). La section étudiée montre un assemblage de microagrégats qui, dans son ensemble, est un peu plus lâche qu'il ne l'est pour l'horizon AB (**Figure 45a**). Les microagrégats semblent aussi être de plus petite taille (**Figure 45c**). Cependant, de nombreuses zones denses, en particulier avec des vides de forme étoilée, sont encore bien présentes dans la lame (**Figure 45d-g**). De nombreuses sections d'anciennes galeries ou cavités biologiques sont reconnaissables dans cet horizon et sont généralement comblées par du matériel microagrégé assemblé de façon lâche (**Figure 45a, b, d, f**). Ces galeries ou cavités ont des tailles variant de quelques millimètres à quelques centimètres de diamètre.

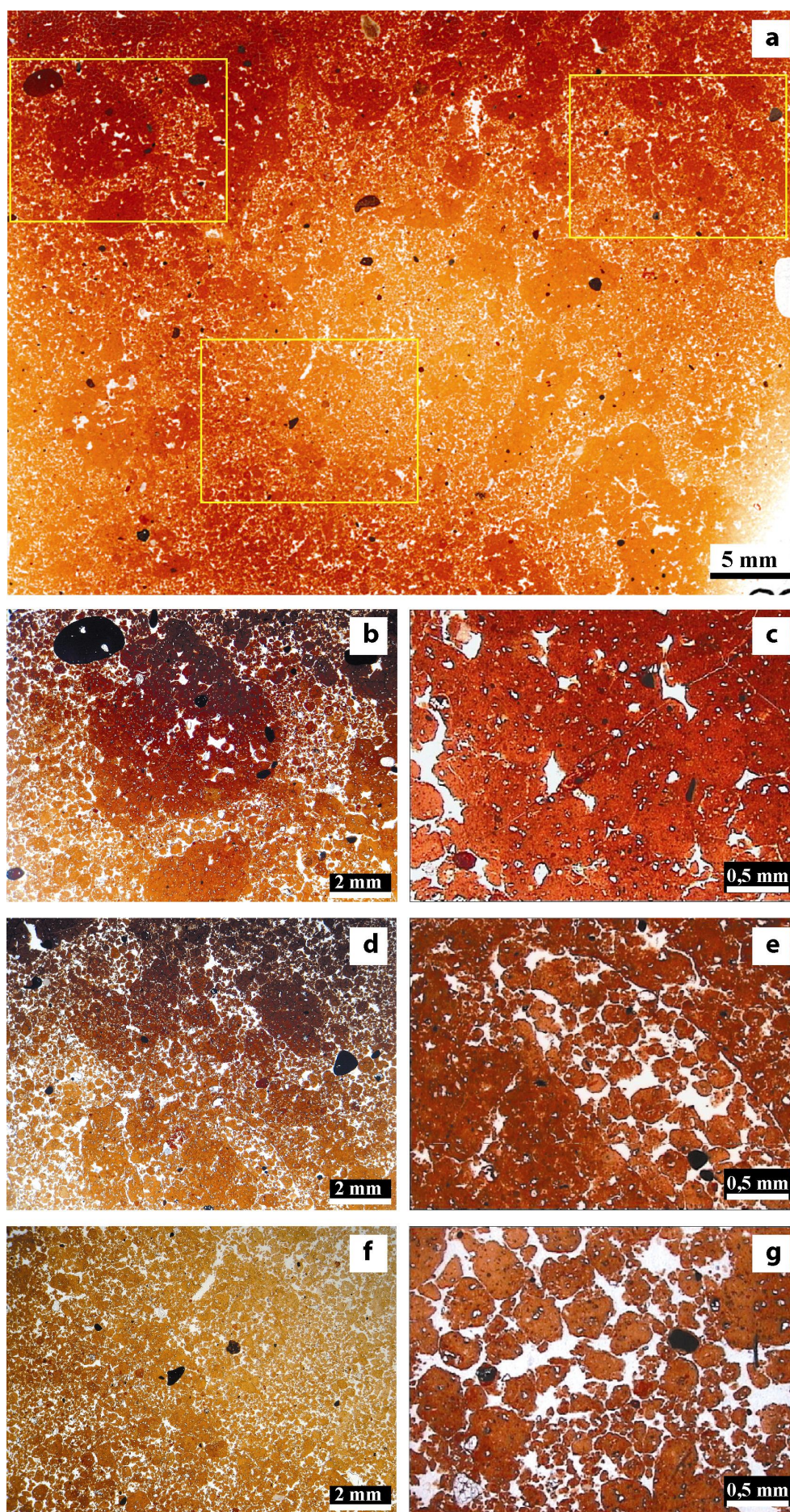
Figure 45 (page suivante) : microstructure du profil de sol PAT 3, entre 80 et 90 cm de profondeur ; a) vue d'ensemble de la microstructure de la lame mince scannée montrant une section de galerie d'insecte comblée par du matériel microagrégé et localisation des photos b, d, f et g (de haut en bas et de gauche à droite) ; b) section de galerie comblée par du matériel microagrégé ; c) zoom sur une zone microagrégée ; d) section de galerie comblée, dont les parois sont constituées par des zones denses avec des vides de forme étoilée ; e) zoom d'une zone dense avec des vides de forme étoilée ; f) zones très denses du côté où la lame mince est la plus épaisse, entourées par une matrice microagrégée ; g) zoom sur une partie de la bordure de la grande section de galerie ou cavité.



d- Mode d'assemblage au sein de l'horizon Bw2

Le mode d'assemblage des microagrégats dans l'horizon Bw1 est présenté à l'aide d'observations réalisées à partir d'un échantillon prélevé entre 150 et 160 cm de profondeur dans le profil CER 1 (**Figure 46**). Le mode d'assemblage des microagrégats dans son ensemble paraît beaucoup plus lâche que dans les autres horizons (**Figure 46a**). On retrouve cependant quelques zones denses, mais en plus faible quantité et de plus petite taille que dans les horizons sus-jacents (**Figure 46b et d**). Ces zones denses montrent pour la plupart des vides de forme étoilée (**Figure 46c**). Quelques constructions d'origine biologique sont encore présentes, telle que des sections de galeries ou de cavité comblées par du matériel microagrégé assemblé de façon très lâche (**Figure 46e**). Les zones microagrégées dominent largement (**Figure 46f et g**).

Figure 46 (page suivante) : microstructure du profil de sol CER 1, entre 150 et 160 cm de profondeur ; a) aperçu de la microstructure générale de la lame mince scannée et positions des photos b, d, f et g (de haut en bas et de gauche à droite) ; b) zone dense avec vides de forme étoilée entourée d'une matrice microagrégée fine ; c) zoom de (b) vides de forme étoilée ; d) des zones denses non accolées entre elles noyées dans une matrice microagrégée ; e) zoom de (d) section de galerie ou de cavité comblée par du matériel microagrégé ; f) zone microagrégée ; g) zoom d'une zone microagrégée.



e- Mode d'assemblage dans le profil PAT 1

Le profil PAT 1 se différencie par un état structural qui est dans son ensemble, plus compact que les autres profils. Son horizon de surface, représenté par l'échantillon prélevé entre 0 et 10 cm, présente un état structural massif avec des fissures de dessiccation bien visibles (*a priori* pas dues à la méthode de fabrication des lames minces) (**Figure 47a et b**). Ce réseau de fissures délimite des zones aux contours anguleux de taille variable. Le matériel microagrégé observé dans les autres profils est quasiment absent. De ce fait, on ne parlera pas ici de microagrégats, ni de matrice microagrégée, mais plutôt d'un état structural continu à débit anguleux.

L'horizon sous-jacent AB représenté par un échantillon prélevé en place entre 30 et 40 cm de profondeur est lui aussi très compact. Il montre une prédominance de zones denses dans lesquelles on observe très souvent des vides de forme étoilée (**Figure 47c et d**). Cependant, contrairement à l'horizon A, quelques zones microagrégées sont présentes. Elles correspondraient à des sections de galeries ou de cavités d'origine biologique, comblées par du matériel microagrégé. A l'inverse des autres profils, les zones denses constituent ici la matrice de l'horizon au sein de laquelle on observe quelques zones microagrégées isolées.

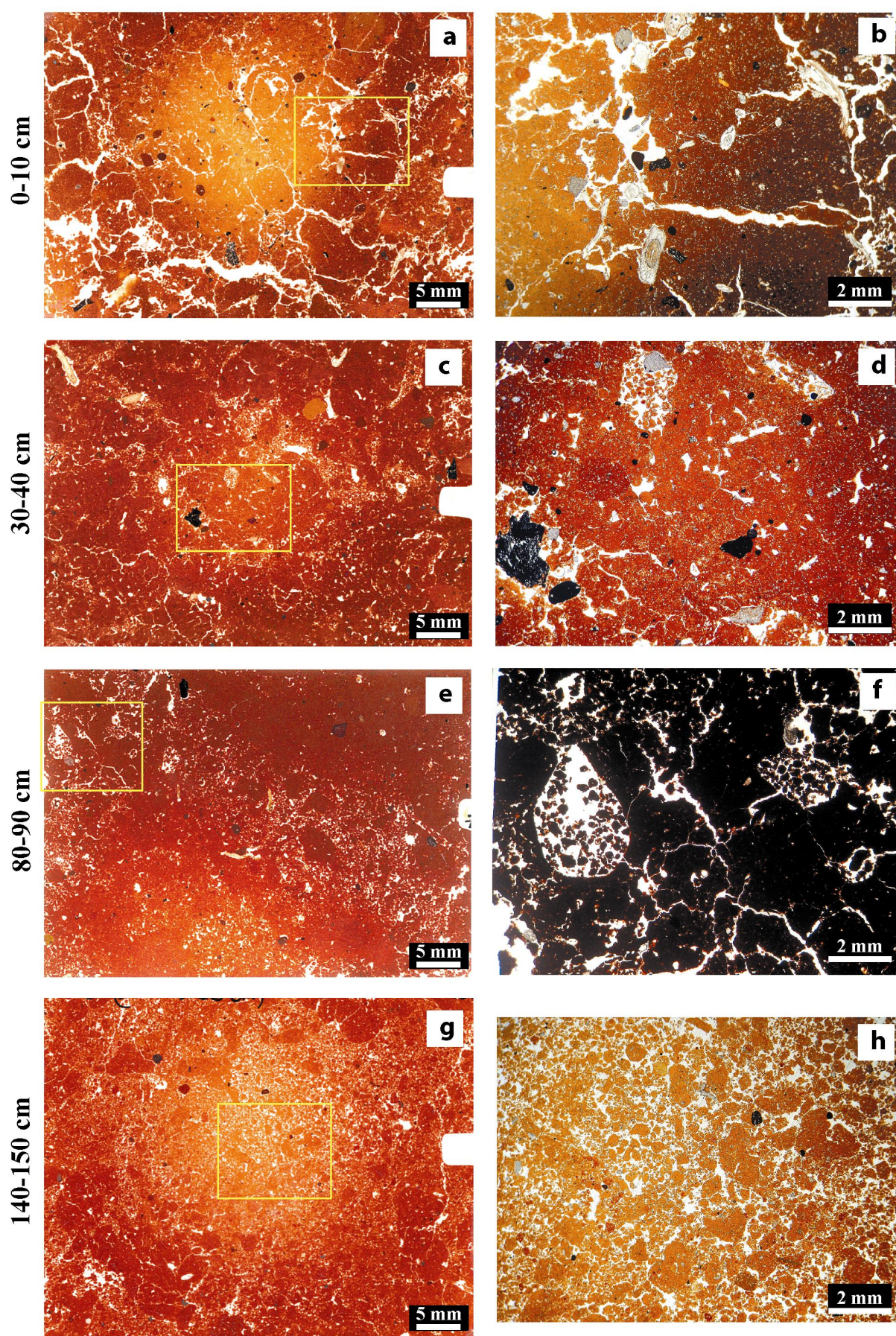
Plus en profondeur, l'horizon Bw1, représenté par un échantillon prélevé entre 80 et 90 cm de profondeur, est encore assez compact (**Figure 47e et f**). Au sein de certaines zones denses, on observe quelques vides planaires de faible extension et très étroits. Les zones denses paraissent encore être nombreuses. Néanmoins, il faut tenir compte du fait que la lame mince présente une épaisseur plus élevée que pour les autres lames, ce qui peut entraîner une surévaluation des zones denses. Malgré cela, le matériel microagrégé semble plus représenté que pour l'horizon AB. Des sections de galerie ou de cavités sont encore visibles (**Figure 47f**).

Enfin, l'horizon profond Bw2, représenté par un échantillon prélevé entre 140 et 150 cm de profondeur, montre un assemblage de microagrégats comparable à celui déjà observé pour les autres profils à cette profondeur. On observe ainsi des zones denses avec un nombre variable de vides de forme étoilée de taille plurimillimétrique, isolés dans une matrice microagrégée où les microagrégats sont agencés d'une façon lâche.

Figure 47 (page suivante) : Microstructure du profil PAT 1 observée sur les lames minces scannées et sur des photos réalisées sous binoculaire : a) et b) structure massive très fissurée entre 0 et 10 cm de profondeur ; c) et d) prédominance de zones denses dans lesquelles on observe des vides de forme étoilée, entre 30 et 40 cm de profondeur ; e) et f) nombreuses zones denses avec vides planaires et cavités remplies par du matériel microagrégé, entre 80 et 90 cm de profondeur ; g) et h) zones denses avec vides en forme d'étoile noyés dans une matrice microagrégée.

Lames scannées

Photos sous binoculaire

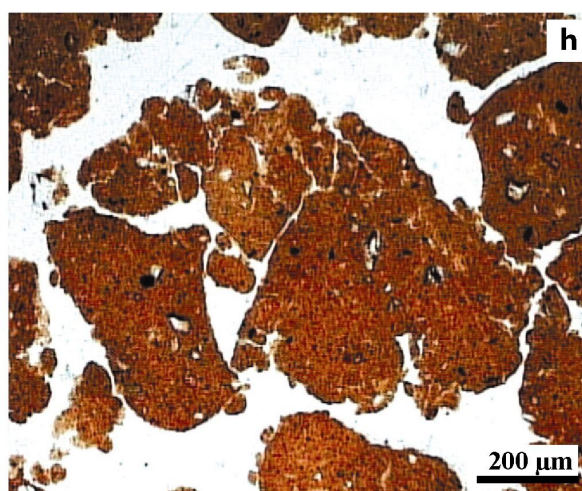
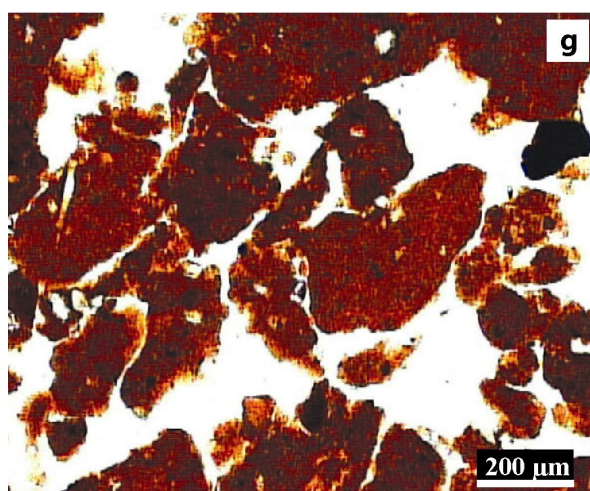
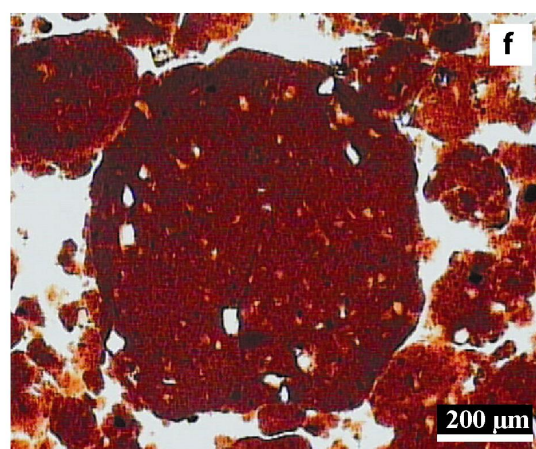
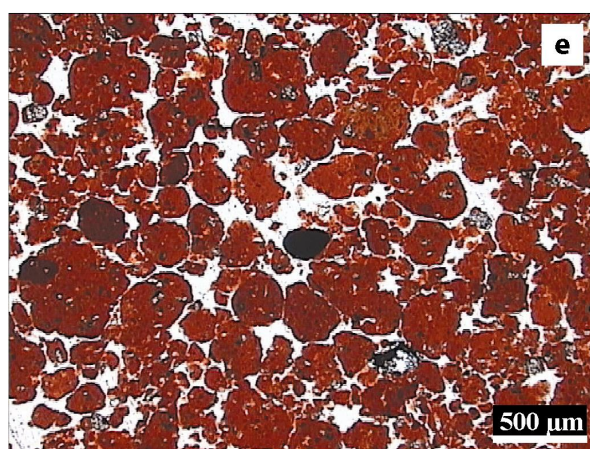
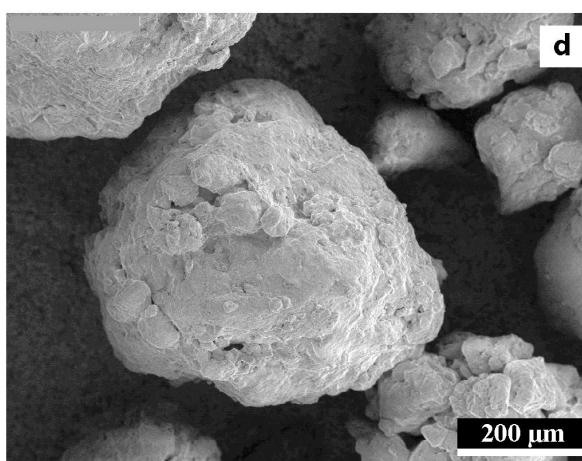
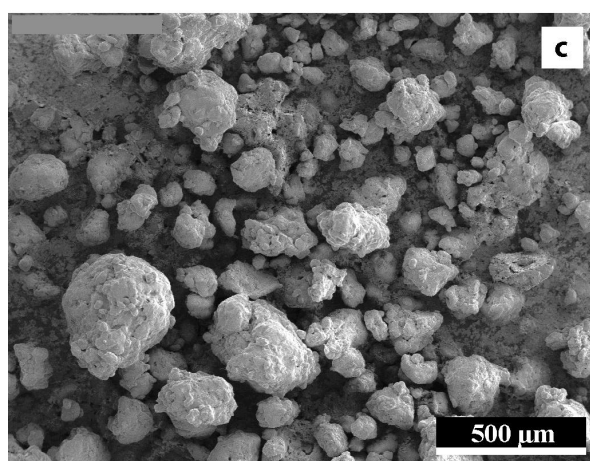
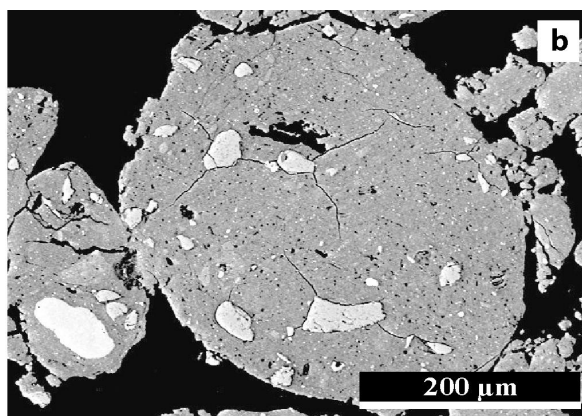
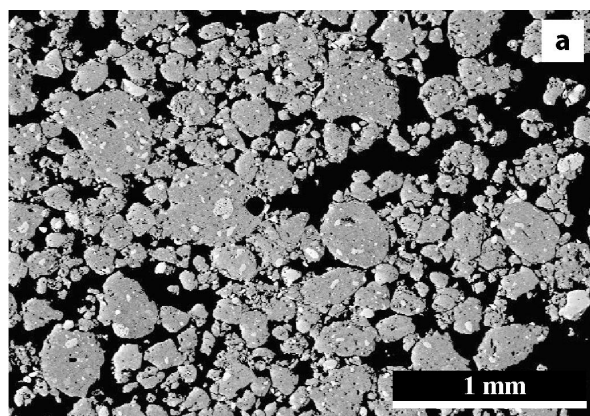


4- Analyse microscopique des microagrégats élémentaires

L'une des principales caractéristiques des Ferralsols est leur microstructure très développée sous forme de microagrégats sub-millimétriques. Le plasma de ces microagrégats est constitué d'un fin mélange de kaolinite, oxy-hydroxydes de fer et d'aluminium et de matières organiques. Le squelette est en général peu abondant et constitué de petits grains de quartz (quelques μm à quelques centaines de μm de diamètre). Son abondance varie légèrement en fonction des profils. En effet, dans le profil PAT 1, une proportion plus importante de grains de quartz de petite taille a été observée. Cette remarque s'accorde avec la différence de composition granulométrique précédemment relevée dans cette étude pour ce même profil (22 % limon et 9 % sable pour PAT 1 contre 13-15 % limon et 9-11 % sable pour les quatre autres profils, cf : chap. 3 et annexe 3). Des nodules d'oxy-hydroxyde de fer, des nodules argileux reliques de la roche sous-jacente et des particules de matière organique principalement représentées par des fragments de racines et des charbons de bois, ont aussi été observés.

Figure 48 : (page précédente) Microagrégats subarrondis à anguleux : a) et b) clichés MEB en électron rétro-diffusés de lames minces de sol ; c) et d) clichés MEB en électrons secondaires de microagrégats (par Annie Richard, au CME¹) ; e) à h) clichés au microscope optique classique en lumière transmise de lames minces, avec e) et f) microagrégats de forme sub-arrondie et g) et h) microagrégats anguleux de petite taille.

¹ CME : Centre de Microscopie Electronique, Orléans.



a- Les microagrégats aux contours sub-arrondis à sub-anguleux

Dans les cinq profils de sol étudiés, les microagrégats les plus fréquents ont une forme sub-arrondie. Ils ont un diamètre qui varie de 100 à 600 μm (**Figure 48**). Ils présentent des contours peu nets avec assez souvent de très petits fragments à leur périphérie (**Figure 48b et f**). Mélangés à ces microagrégats sub-arrondis, on observe des microagrégats plus anguleux et de plus petite taille (50 à 300 μm) (**Figure 48g et h**). Leurs contours sont polygonaux, avec des cotés rectilignes ou curvilignes (**Figure 48g et h**).

Le mode d'assemblage de ces microagrégats sub-arrondis à sub-anguleux est variable (**Figure 49**). Il est généralement lâche à très lâche (**Figure 49c-f**). Les microagrégats peuvent aussi être en contact les uns avec les autres, mais même dans ce cas, leurs contours sont toujours distincts (**Figure 49a et b**).

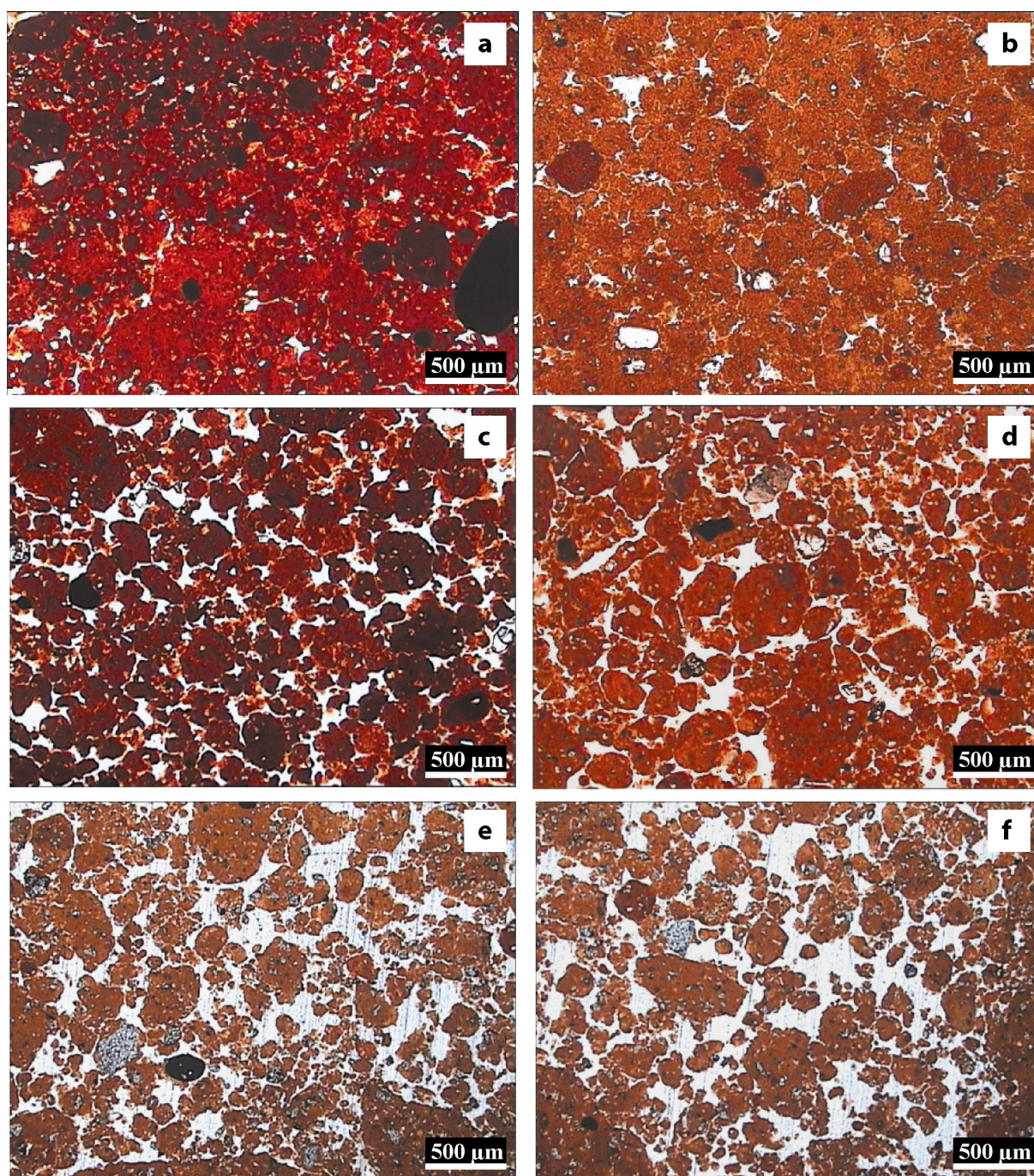


Figure 49 : Les différents types d'assemblages des microagrégats sub-arrondis observés sur les lames minces de sol au microscope optique: a) et b) assemblages très serrés de microagrégats ; c) et d) assemblages lâches avec microagrégats légèrement accolés les uns aux autres ; e) et f) assemblages très lâches de microagrégats.

b- Les microagrégats aux contours arrondis

Les microagrégats aux contours arrondis ont des tailles variant de 100 à 800 μm (**Figure 50**) mais la plupart d'entre eux ont une taille voisine de 500 μm . Leurs contours sont nets. Ils présentent des formes "circulaires" ou "en haricot" (**Figure 50a, b et d**). Ils sont en général restreints à des zones isolées. On les observe très rarement en assemblage lâche (**Figure 50a et d**). Le plus souvent, ils sont accolés les uns aux autres de façon plus ou moins serrée. En effet, ils peuvent être soit légèrement accolés entre eux (**Figure 50c**), soit serrés à tel point que leurs contours ne se discernent presque plus ; on observe alors la présence de vides de forme étoilée (**Figure 50e et f**).

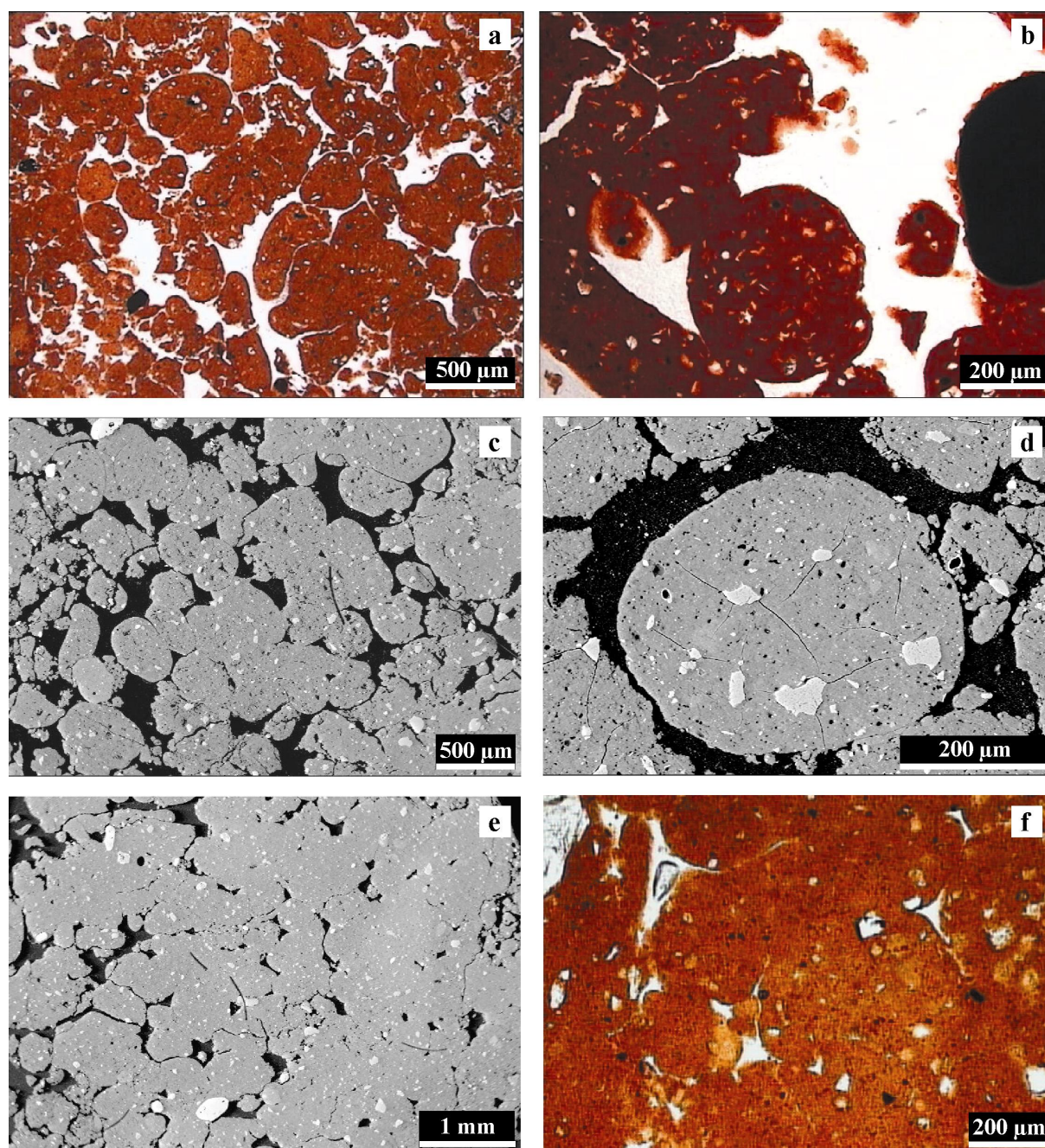


Figure 50 : Microagrégats de forme arrondie et les types d'assemblages observés sur des lames minces de sol au microscope optique (clichés a, b et f) et au MEB en électrons rétro-diffusés (clichés c, d et e) ; a) microagrégats légèrement accolés les uns aux autres ; b) zoom sur un microagrégat de forme ronde ; c) microagrégats accolés les uns aux autres ; d) zoom sur un microagrégat de forme presque ronde ; e) et f) assemblages très serrés de microagrégats avec "fusion" de leurs contours et formation de vides de forme étoilée.

c- Les granules

De très petits microagrégats de forme elliptique à circulaire (ou cylindrique à sphérique en 3D) et de taille peu variable de 20 à 50 μm , ont également été observés lors de cette étude (**Figure 51**). Ces objets, que l'on peut qualifier de granules, sont le plus souvent localisés en amas dans l'espace inter-microagrégats (**Figure 51a-d**) ou encore au sein de racines en cours d'altération (**Figure 51e et f**).

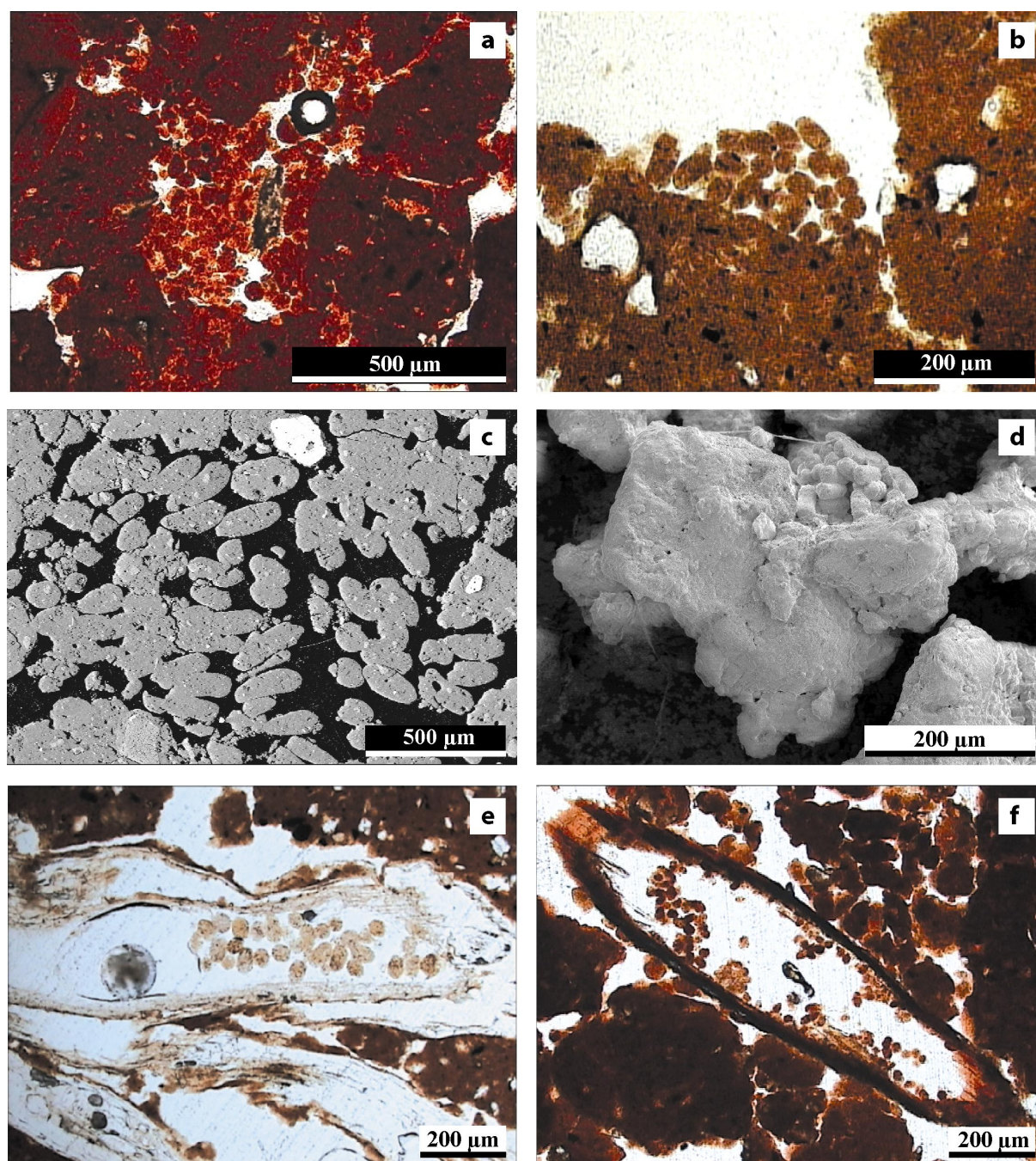


Figure 51 : Microagrégats granulaires observés sur lames minces au microscope optique (clichés a, b, e, f) au MEB en mode électrons rétro-diffusés (cliché c) et observés directement au MEB en mode électrons secondaires : a-d) microagrégats granulaires cylindriques en 3D ou ovales à ronds en 2D en amas dans des cavités inter-agrégats ; e) et f) microagrégats granulaires ronds en amas dans des racines plus ou moins altérées.

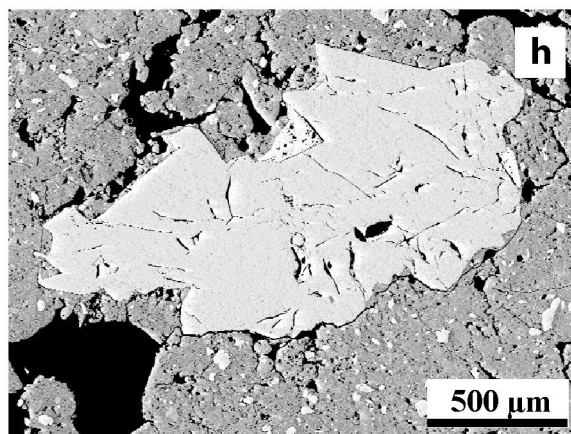
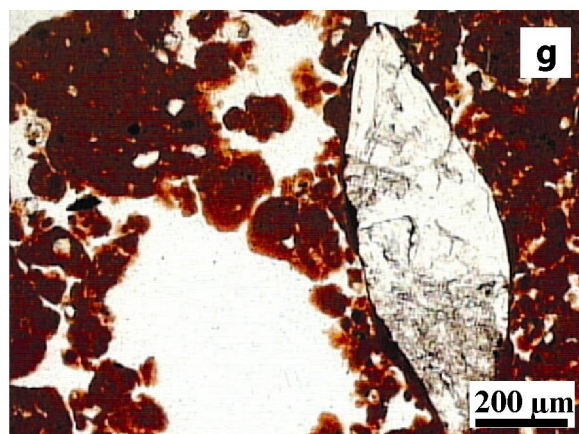
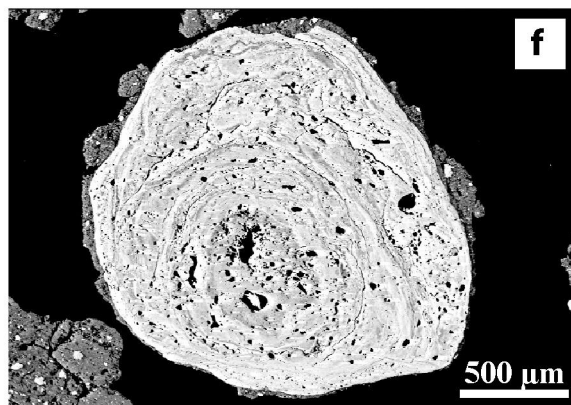
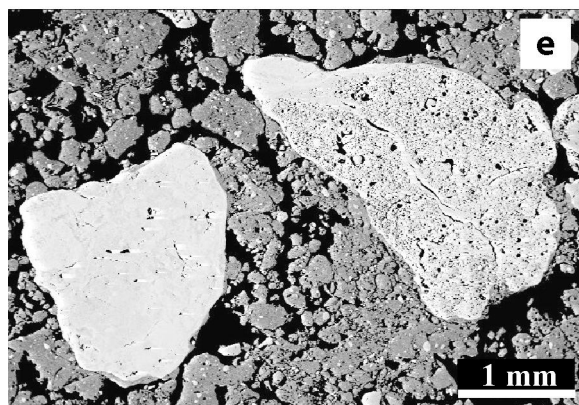
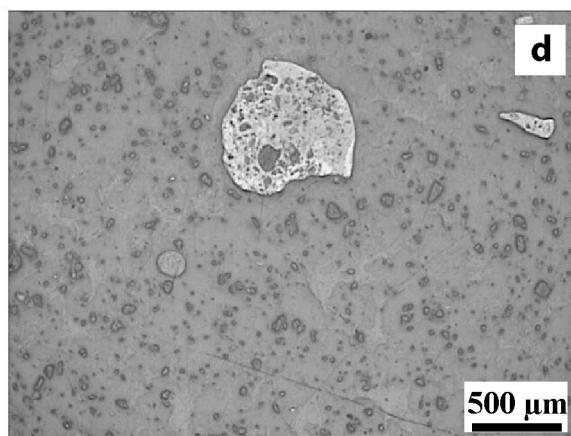
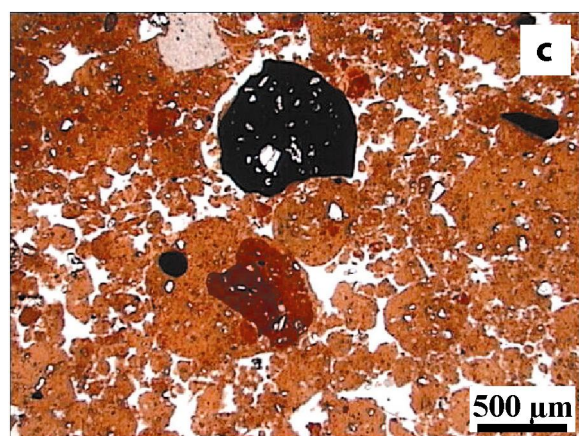
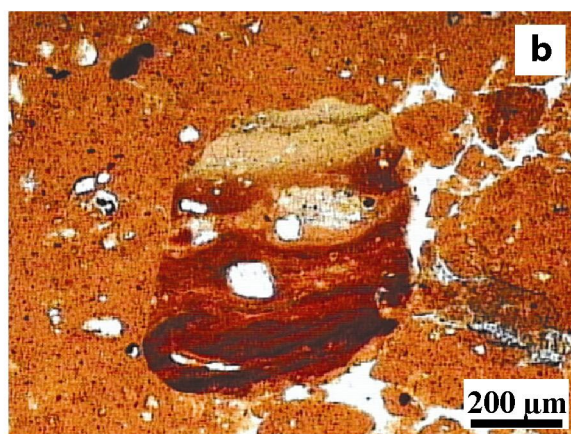
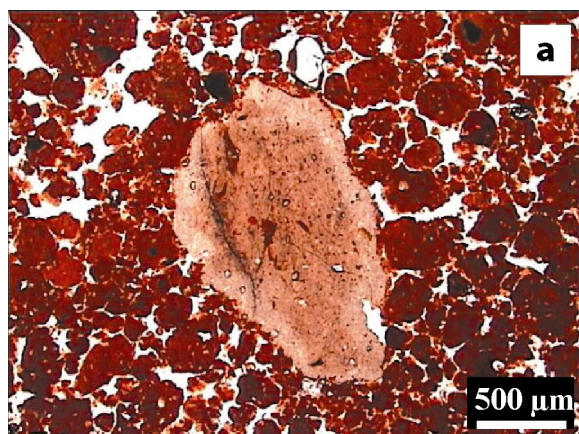
d- Les autres objets

D'autres objets de nature minérale ou organique ont été observés dans les cinq sols étudiés et ce, quelle que soit la profondeur.

Parmi les objets de nature minérale, on distingue :

- Des fragments argileux (**Figure 52a et b**) qui sont de taille variable et en général peu abondants. Leur proportion augmente cependant avec la profondeur. Ce sont vraisemblablement des "reliques" du matériel parental du sol. Ce dernier est principalement constitué de métasédiments très hétérogènes (cf. chapitre 2). Ils présentent des teintes très variables allant du blanc au rouge foncé en passant par le jaune. Ils sont soit de teinte assez homogène avec une légère altération sur la bordure (**Figure 52a**), soit montrent un caractère lité bien représentatif des métasédiments sous-jacent (**Figure 52b**).
- Des nodules et concrétions (**Figure 52c-f**) de taille très variable (quelques mm à quelques μm) dont la teinte reflète la richesse en oxy-hydroxydes de fer (hématite ou goëthite) ou en hydroxydes d'aluminium (gibbsite).
- De grains de quartz (**Figure 52g et h**) qui sont automorphes ou non, de taille très variable et hétérogène (quelques mm à quelques μm), avec des contours très anguleux à arrondis.

Figure 52 : (page suivante) Eléments structuraux d'origine minérale observés sur les lames minces de sol en microscopie optique (clichés a, b, c, d et g) et en microscopie électronique (MEB en mode rétro-diffusé; clichés e, f et h): a) fragment argileux relique avec altération en bordure ; b) fragment argileux lité relique; c) oxy-hydroxyde opaque en lumière transmise ; d) même oxyde que (c) en lumière réfléchie ; e) oxy-hydroxydes sub-anguleux de teinte assez homogène ; f) oxy-hydroxyde de forme arrondie avec des dessins concentriques en son sein ; g) cristal de quartz sub-automorphe ; grain de quartz sub-anguleux amorphe.



Quant aux objets de nature organique, il s'agit :

- de charbons de bois (**Figure 53a-f**) de taille variable (quelques μm à quelques cm) et de forme variable, allant de la simple particule anguleuse noire homogène, à la particule présentant des structures cellulaires encore bien visibles (**Figure 53a-e**). Des particules possédant des vacuoles caractéristiques du dégazage qui produit lors d'un feu (**Figure 53f**) sont aussi présentes.

- de racines (**Figure 53g-j**) dont on observe le plus souvent des coupes transversales, ce qui indique ainsi un développement en majorité horizontal des racines (du moins sous pâturage) (**Figure 53g, h et i**). Quelques sections longitudinales de racines en cours d'altération, ont été aussi observées, avec le plus souvent accumulation de matériel granulaire en leur sein (**Figure 53j**).

- des grains de pollen (**Figure 53k et l**) de taille $< 50 \mu\text{m}$. Deux formes principales de pollen ont été observées : rondes avec une collerette dentelée (**Figure 53k**) ou rondes à ovales avec de petits poils à leur surface (**Figure 53l**). Leur origine n'a pas été identifiée.

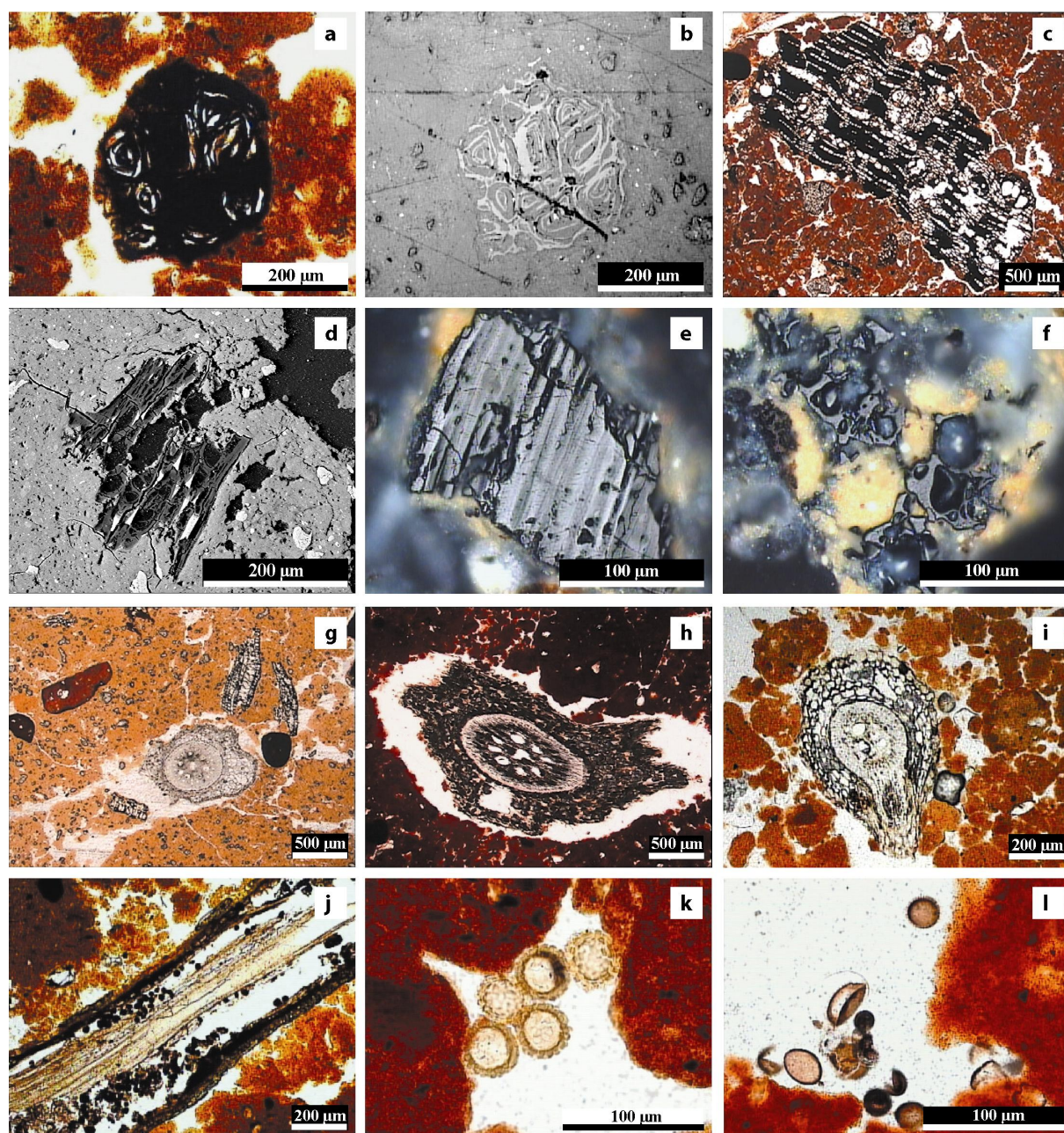


Figure 53 : Eléments structuraux d'origine organique observés sur lames minces de sol en microscopie optique pour tous les clichés sauf pour le (d) observé sous MEB en mode rétro-diffusé : a) charbon de bois avec une texture en "rose" ; b) même charbon de bois, mais en lumière réfléchie ; c) fragment de charbon de bois montrant de belles structures cellulaires ; d) charbon de bois avec quelques structures cellulaires encore visibles ; e) fragment de charbon de bois avec une texture ligneuse, observé en lumière réfléchie, sur une section polie ; f) charbon avec de nombreuses vacuoles caractéristiques d'un dégazage lors d'un feu, observé en lumière réfléchie, sur une section polie ; g) ,h) et i) sections transversales de racines ; j) section longitudinale de racine en cours d'altération avec des granules à l'intérieur ; k) grains de pollen à collerette ; l) grains de pollen ronds à ovales avec des petits poils à leur surface.

5- Essai de typologie combinant type de microagrégats et leur mode d'assemblage

L'analyse des microagrégats à différentes échelles et leur mode d'assemblage, nous a permis de proposer une typologie de ces objets (**Figure 54**). Ainsi, nous distinguons deux principaux types de microagrégats :

- Le type A qui représente le type dominant des sols étudiés. Ces microagrégats sont de forme sub-arrondie à sub-anguleuse et de taille très variable (50 à 600 μm) ;
- Le type B qui correspond aux microagrégats aux contours arrondis, de taille assez homogène (diamètre de 500 μm en moyenne).

Les autres types de microagrégats n'ont pas été pris en compte car ils ne sont que très peu présents.

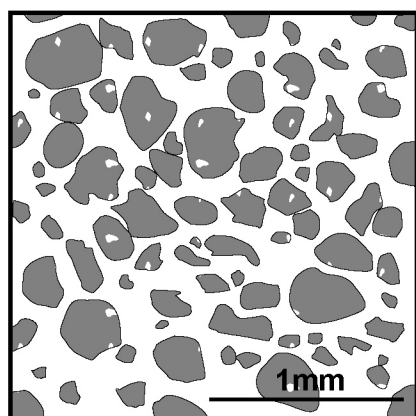
Nous avons également différencié plusieurs modes d'assemblage des microagrégats :

- un assemblage lâche (L) dans lequel les microagrégats sont très peu en contact les uns avec les autres ;
- un assemblage jointif (J) dans lequel les microagrégats sont fréquemment en contact, voire accolés les uns aux autres, mais leur contour se distingue encore très nettement ;
- un assemblage très jointif (TJ) dans lequel les contours des microagrégats sont peu visibles, et seule la présence de vides inter-agrégats de forme caractéristique prouve qu'il s'agit d'un tel assemblage ;
- un assemblage compact (C) pour lequel il ne reste aucun contour, ni vide de forme caractéristique, de ce fait, il constitue une classe à part puisque les types A et B ne peuvent plus être distingués (**Figure 54**).

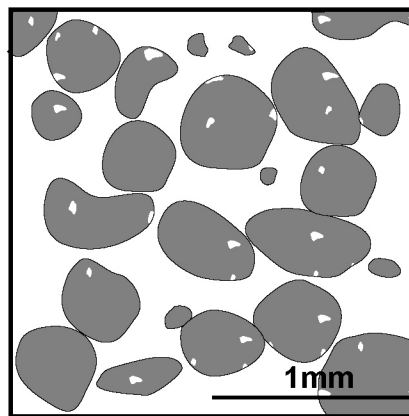
Grâce à cette typologie, nous avons tenté de quantifier les variations de mode d'assemblage pour l'ensemble des horizons étudiés (4 horizons pour chaque profil). Les résultats sont rassemblés en **annexe 5** et illustrés sur la **figure 55**.

Figure 54 (page suivante) : Représentation schématique de la typologie adoptée lors de cette étude, avec en colonne les différents types de microagrégats et en ligne les types d'assemblage.

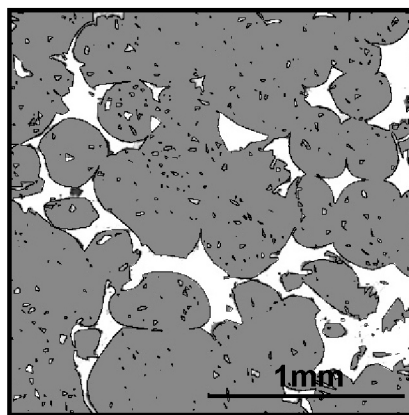
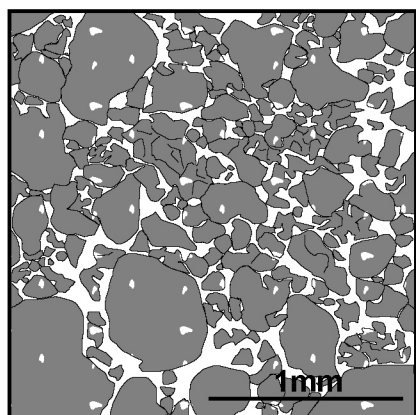
TYPE A



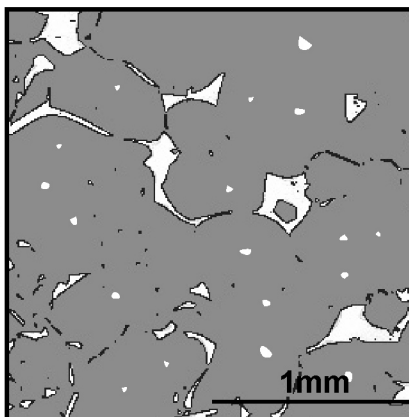
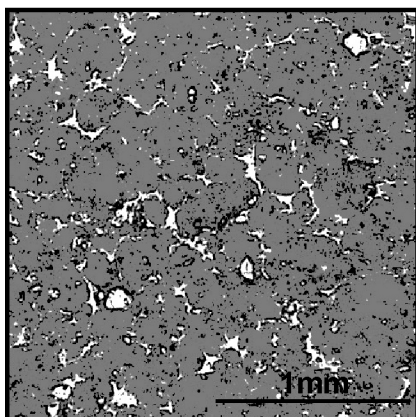
TYPE B



Lâche (L)

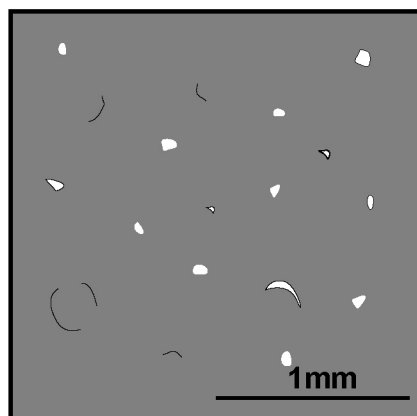


Jointif (J)



Très Jointif (TJ)

Compact (C)



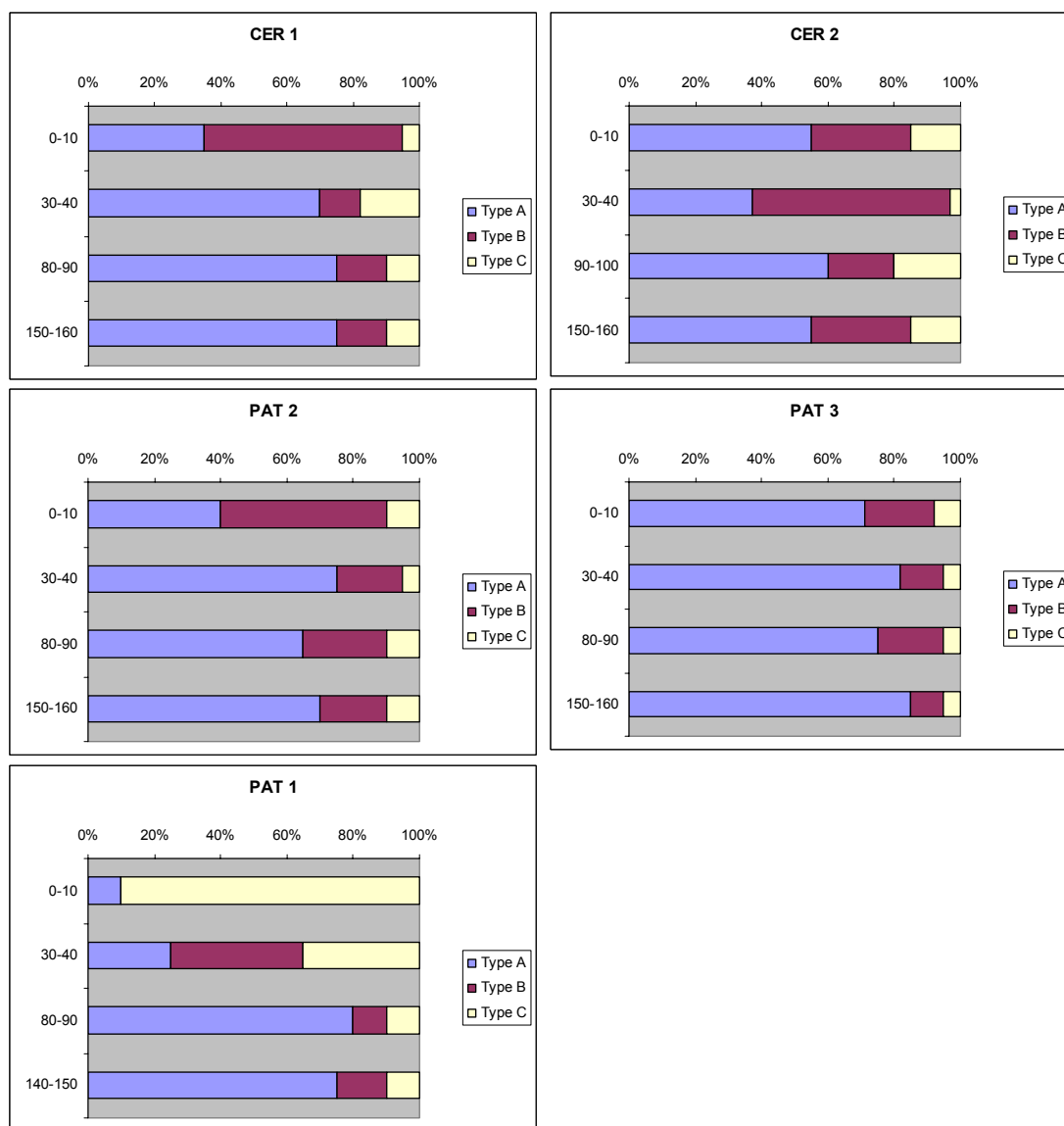


Figure 55 : Proportions des types de microagrégats dans chaque profil de sol, indépendamment de leur mode d'assemblage.

La représentation pour laquelle figurent à la fois le type de microagrégats et le mode d'assemblage pour chaque horizon étudié (**annexe 5**) nous semblait trop complexe dans sa lecture et son interprétation. Nous avons donc décidé d'adopter une représentation plus simple. Cependant, la représentation, pour chaque profil de sol, de la variation du mode d'assemblage des microagrégats, sans tenir compte du type de microagrégats, reste difficile à interpréter (**annexe 5**). Nous nous sommes donc intéressés plus particulièrement à la variation des types de microagrégats, sans tenir compte de leur mode d'assemblage (**Figure 55**). Nous pouvons alors clairement remarquer que le type de microagrégats dominant dans ces sols, est le type A, excepté dans l'horizon A (0-10 cm) des profils CER 1 et PAT 2 et dans l'horizon AB (30-40 cm) du profil CER 2. De même, le profil PAT 1 se distingue des autres profils par

sa forte proportion en assemblage de type C. Ceci est en accord avec les observations réalisées à différentes échelles et présentées plus haut (**Figure 41**). Enfin, on peut remarquer que le type B est mieux représenté dans les horizons superficiels (A et AB) que dans les horizons profonds.

6- Conclusion

L'analyse morphologique de la structure à différentes échelles a montré que les horizons des Ferralsols étudiés ne possédaient pas, pour la plupart d'entre eux, de macrostructure au sens où on l'entend habituellement. En effet, malgré une teneur en argile élevée, ces horizons ne montrent pas ou très peu de macroagrégation, en volumes polyédriques ou prismatiques par exemple. En revanche, ces horizons sont très largement microagrégés. Ils peuvent être considérés comme étant composés de deux types de volume : (i) l'un composé de microagrégats sub-arrondis à sub-anguleux de taille très variable (50 à 600 μm de diamètre) et assemblés le plus fréquemment de façon lâche à très lâche ; (ii) l'autre composé de microagrégats arrondis, de taille assez homogène (500 μm de diamètre moyen) et assemblés le plus fréquemment de façon jointive à très jointive.

Dans les horizons où les microagrégats en assemblage lâche à très lâche prédominent, on observe des proportions variables de volumes de plusieurs dizaines de millimètres cubes à plusieurs centimètres cubes qui présentent une cohésion suffisamment élevée pour être aisément isolés. Ces volumes possèdent fréquemment un état interne complexe. Ils sont majoritairement composés de microagrégats arrondis, assemblés de façon jointive à très jointive auxquels ils doivent vraisemblablement leur cohésion. Cependant, ces volumes sont aussi, bien qu'en moindre proportion, composés de microagrégats sub-arrondis à sub-anguleux formant des assemblages lâches à très lâches (**Figure 42**). Ils apparaissent fréquemment comme correspondant à des remplissages de cavités ou de galeries biologiques.

Enfin, l'analyse réalisée suggère qu'il existe une filiation entre les différents modes d'assemblage d'un même type de microagrégats. La plus grande fréquence d'assemblage jointif à très jointif observée pour les microagrégats arrondis, à la différence de ce que l'on observe pour les microagrégats sub-arrondis à sub-anguleux, suggère que l'assemblage compact résulte vraisemblablement de la coalescence de microagrégats arrondis.

III- Stabilité des microagrégats lors de la dessiccation

Les microagrégats des Ferralsols sont considérés comme étant des édifices très stables. Ils sont connus comme étant très faiblement dispersables dans l'eau et ne se déformeraient pas lors de la phase d'humectation-dessiccation. Dans ce dernier cas, les seules données disponibles sont issues de mesures très indirectes des propriétés de retrait-gonflement des microagrégats. Notre objectif est ici de réaliser des mesures directes des variations de volumes des microagrégats lors de leur dessiccation.

Ce chapitre a été publié sous la forme d'un article dans les Comptes-Rendus Géosciences¹.

¹ Volland-Tuduri, N., Brossard, M., Bruand, A. and Garreau, H., 2004. Direct analysis of microaggregates shrinkage for drying: Application to microaggregates from a Brazilian clayey Ferralsol. Comptes Rendus Geosciences, 336(11): 1017-1024.

Direct analysis of microaggregates shrinkage for drying: Application to microaggregates from a Brazilian clayey Ferralsol. Analyse directe du retrait de microagrégats durant la dessiccation : Application à des microagrégats d'un Ferralsol argileux brésilien.

Nathalie Volland-Tuduri^{a,*} Michel Brossard^b, Ary Bruand^a et Henri Garreau^c

^a Institut des Sciences de la Terre d'Orléans (ISTO), UMR 6113 CNRS-UO, Université d'Orléans, Géosciences, BP 6759, 45067 Orléans Cedex 2, France.

^b IRD/EMBRAPA Cerrados, CP 7091, 71619-970 Brasilia-DF, Brésil.

^c CRBA UMR 5473, Faculté de Pharmacie, BP 14491, 34093 Montpellier Cedex 05, France.

Abstract

Subrounded microaggregates 100 to 500 μm in diameter were collected in a Ferralsol located in the state of Goiás. Observation of these microaggregates in dry condition in scanning electron microscopy showed morphological characteristics that are representative of microaggregates described earlier in many Ferralsols. The shrinkage for drying of initially water saturated microaggregates was studied using an environmental scanning electron microscope. Results showed very small shrinkage for the microaggregates studied as usually considered. However the shrinkage varies since the volume of dried microaggregates was found to be 93 to 99 % of their volume when they are saturated.

Cerrados / environmental scanning electron microscope / microped / structure

Résumé

Des microagrégats de forme subarrondie et de 100 à 500 μm de diamètre ont été prélevés dans un Ferralsol localisé dans l'état du Goiás. L'observation à l'état sec de ces microagrégats en microscopie électronique à balayage a révélé des caractéristiques morphologiques qui sont représentatives des microagrégats décrits dans de nombreux autres Ferralsols. L'analyse du retrait lors de la dessiccation de microagrégats initialement saturés en eau a été effectuée en utilisant un microscope électronique à balayage environnemental. Les résultats montrent que ces microagrégats sont des structures faiblement déformables comme elles sont fréquemment considérées. Cependant, les propriétés de retrait varient puisque le volume des microagrégats après dessiccation est de 93 à 99 % de celui des microagrégats saturés.

Cerrados / microscope électronique à balayage environnemental / microped / structure

Version abrégée

A- Introduction

La dynamique de la structure et de la porosité est étroitement liée dans un sol aux propriétés de retrait–gonflement des agrégats qui le constituent. Pour des agrégats de taille supérieure à quelques millimètres, de nombreuses méthodes existent pour étudier ces propriétés [14, 5]. En revanche, lorsqu'ils sont de plus petite taille, on procède alors à des mesures indirectes [4]. C'est le cas des Ferralsols [11] qui sont des sols microagrégés (microagrégats de quelques dizaines à quelques centaines de micromètres de diamètre) [10] et pour lesquels les propriétés de retrait–gonflement à l'échelle des microagrégats ont été jusqu'alors déduites de mesures réalisées sur des volumes de plusieurs centimètres cube, voire de plusieurs dizaines de centimètres cube [17, 8, 5]. Les microagrégats de Ferralsols correspondent aux "pseudo-sables", "micropeds" et "granules" qui ont été décrits respectivement par Kubiena [12], Brewer [6] et Trapnell et Webster [19]. Bien qu'ils soient généralement considérés comme étant des édifices très stables et rigides [3, 13], il a été montré récemment, de façon indirecte, que ces microagrégats se déformeraient lors de la dessiccation [1]. Notre objectif est dans cette Note de quantifier, par des mesures directes, la variation de volume des microagrégats lors de leur dessiccation.

B- Matériel et méthodes

Les microagrégats étudiés ont été prélevés humides à 150–160 cm de profondeur¹ dans un Ferralsol argileux localisé dans l'état du Goiás [2]. Ils ont été conservés à 5°C dans des récipients hermétiques.

Des microagrégats préalablement séchés à 40°C ont été observés en microscopie électronique à balayage à l'aide d'un microscope à émission de champ qui permet des observations de grande qualité à faible tension d'accélération sans que les échantillons aient été métallisés. D'autres microagrégats ont été inclus dans une résine de telle façon à confectionner une lame mince qui puisse être observée en mode électrons rétrodiffusés [7].

Des microagrégats encore humides ont aussi été observés en microscopie électronique à balayage à l'aide d'un microscope environnemental [9, 15, 18]. Les microagrégats ont été mis

¹ Les échantillons ont été prélevés à 150-160 cm de profondeur dans le but d'annihiler au maximum l'effet de la matière organique dans le processus de la microagrégation. De plus, c'est à ces profondeurs que l'état microagrégé est le mieux représenté dans le profil de sol.

à l'équilibre avec un potentiel de -10 hPa, et une température de 2°C . Ils ont été introduits dans le microscope après avoir ajouté une goutte d'eau de façon à s'assurer qu'ils demeurent saturés dans la chambre du microscope lorsque la pression passe de la pression atmosphérique à 10 Torr. La déformation de sept microagrégats lors de la dessiccation a été suivie étape par étape jusqu'à l'état déshydraté (**Figure 56**). Une dizaine de diamètres ont été mesurés pour chaque microagrégat alors qu'ils pouvaient encore être considérés comme étant saturés en raison de la présence de ménisques d'eau puis à l'état déshydraté après qu'ils aient été mis à l'équilibre avec une pression de 3 Torr et une température de 16°C .

C- Résultats et discussion

Les images en mode électrons rétrodiffusés montrent un assemblage lâche de microagrégats de forme subarrondie et de 100 à 500 μm de diamètre (**Figure 57a**). Des grains de quartz de 10 à 70 μm ainsi que des fissures de quelques micromètres de largeur sont présents au sein des microagrégats (**Figure 57b**). Ces derniers présentent des caractéristiques morphologiques qui sont identiques à celles décrites par Balbino et al. [1, 2] dans des Ferralsols étudiés sur le même site et pour d'autres Ferralsols [12, 6, 19]. Les observations effectuées à fort grossissement à l'aide du microscope électronique à émission de champ montrent que les microagrégats sont composés d'un assemblage de particules de forme pseudo-hexagonale et de 0,05 à 0,3 μm de diamètre (**Figure 57c, d, e et f**). Ces particules sont très vraisemblablement des particules de kaolinite qui constituent la majeure partie de la phase argileuse des Ferralsols [11].

L'observation de microagrégat avec le microscope électronique à balayage environnemental à 10 Torr et 2°C , montre des agrégats partiellement immergés dans l'eau (**Figure 58a**). Une diminution de la pression à 7,2 Torr, la température demeurant à 2°C , provoque un approfondissement des ménisques ainsi qu'une meilleure définition des contours des microagrégats (**Figure 58b**). A 5,1 Torr et 2°C , on se situe juste en dessous de la courbe délimitant les domaines de l'eau liquide et vapeur (**Figure 56**). On assiste à une dessiccation progressive des microagrégats. Un film d'eau est encore visible de façon transitoire à la surface des microagrégats. On observe aussi quelques ménisques d'eau de petite taille entre les microagrégats (**Figure 58c et d**) qui diminuent progressivement (**Figure 58e**). Enfin, après élimination de la totalité de l'eau liquide, la pression ayant été amenée à 3 Torr et la température à 16°C , ce sont des microagrégats à l'état sec qui sont observés (**Figure 58f**).

Nous avons mesuré le diamètre moyen des microagrégats quand ils étaient encore à l'état saturé comme observé sur la **Figure 58d**. Les mêmes diamètres ont été mesurés lorsque les microagrégats étaient à l'état sec comme observé sur la **Figure 58f**, afin de calculer la variation moyenne du retrait. Les résultats montrent que le retrait linéaire des agrégats saturés varie de 0,3 à 2,4 % (**Tableau 20**). Le retrait volumique a été calculé en utilisant la relation suivante :

$$\frac{V_d}{V_s} = \left[1 - \left(\frac{D_s - D_d}{D_s} \right) \right]^3$$

avec V_s et V_d , le volume spécifique en $\text{cm}^3 \text{ g}^{-1}$ des microagrégats respectivement déshydratés et saturés, D_s et D_d , le diamètre moyen des microagrégats respectivement déshydratés et saturés en unité de longueur. Les résultats montrent que les volumes spécifiques des microagrégats déshydratés est 93 à 99 % de celui des microagrégats saturés, la valeur moyenne étant de 97 %.

D- Conclusion

Les résultats présentés dans cette Note montrent que les microagrégats sélectionnés sont dans l'ensemble des édifices qui se déforment très peu lors de la dessiccation. Ces résultats sont cohérents avec ceux obtenus par Pedro et al. [17] et Chauvel et Pédro [8] à partir de mesures indirectes. Le retrait moyen enregistré est en effet très faible mais nous observons aussi qu'il varie selon les agrégats étudiés. Il est cependant cohérent avec le retrait enregistré par Balbino et al. [1] pour des microagrégats de Ferralsols de très faible teneur en matière organique. La variabilité du retrait enregistrée entre les différents microagrégats étudiés pourrait être liée à des différences de composition ou de mode d'assemblage des constituants. C'est pourquoi, le retrait de microagrégats, possédant des teneurs en matière organique et des minéralogies variables, devra être étudié de façon à déterminer comment il varie en fonction des variations de composition. Enfin, la microscopie électronique à balayage environnementale qui devient d'un accès plus facile devrait permettre de nombreuses études de la déformation des sols lors de la dessiccation et de l'humectation, à des échelles qui n'étaient jusqu'alors pas directement accessibles.

1- Introduction

Dynamics of the soil structure and porosity is closely related to the shrinkage properties of the aggregates making up the soil. Indeed, the shrinkage properties are responsible for the opening of the inter-aggregates voids when the aggregates dry and the cracking of the soil, thus enabling the regeneration of the structure when the soil is massive. If shrinkage can be measured on aggregates a few millimeters to several decimeters in size [14, 4, 5], its measurement on aggregates several dozens to several hundreds micrometers in size cannot be performed with the same methods because of their very small size.

Among soils that are microaggregated, there are Ferralsols [11] that correlate to Latosols of the Brazilian soil classification [10] and show little or no distinct horizonation. Their macrostructure is weak to moderate and they have typically a strong microstructure [16, 20]. Microaggregates are near spherical, ranging from 80 to 200 μm in size usually. They correspond to the “pseudosand”, “micropeds”, “granules” which were described earlier by Kubiena [12], Brewer [6] and Trapnell & Webster [19], respectively.

Since Ferralsols have no or little macrostructure, their porosity and more generally their mechanical and hydraulic properties are closely related to the arrangement of the microaggregates and the clay particles within the microaggregates. In many studies, the microaggregates are considered as very stable and rigid fabric [3, 13]. However, the shrinkage and swelling properties of the microaggregates and their consequences on the pore-size distribution are still under discussion because there is a lack of direct measurement of these properties. Indeed, using macroscopic measurements on samples several cubic centimeters to several dozens of cubic centimeters in volume, several authors inferred a lack of shrinkage for the microaggregates [17, 8]. On the other hand, Balbino et al. [1] compared the water retention of microaggregates with their pore-size distribution when they have dried and showed that there was a deformation of the pores and probably a shrinkage of the microaggregates for drying. Our objective in this study is to show that measurement of microaggregates size for drying using an environmental scanning electron microscope enables direct quantification of microaggregates shrinkage.

2- Material and Methods

The microaggregates studied were collected in a Ferralsol located 30 km north of Planaltina de Goiás in the state of Goiás (15°14'S, 47°42'W) [2] under native vegetation (Cerradão) at

150–160 cm depth (**Table 19**). The microaggregates were stored at 5°C to reduce biological activity and in sealed plastic containers to avoid water loss.

Dried microaggregates were examined first in scanning electron microscopy (SEM). The microaggregates were dried at 40°C and examined by SEM using a scanning electron microscope equipped with a field emission gun (FESEM Hitachi 4200). This permitted high resolution observation at low voltage without any coating of the surface sample. Working at low voltage (2 kV) also minimized any possible damage caused by electron beam. Other dried microaggregates were impregnated with a polyester resin to produce a thin section [7]. The latter was examined by SEM (Cambridge 90B) using the emission of backscattered electrons. Then, wet microaggregates were examined with an environmental SEM (XL 30 ESEM, Philips, Netherlands) that enables visualization of uncoated and moist samples in gaseous atmosphere in a vacuum range of 0,1-10 Torr [9, 15, 18]. The presence of a low-pressure water vapour atmosphere in the ESEM chamber and the utilization of cooling stage permit the observation of the sample during hydration or dehydration. Microaggregates never dried were wetted at –10 hPa in a pressure cell as indicated by Balbino et al. [1]. They were installed onto a 13-mm diameter aluminium stub. A small drop of water was added to ensure that microaggregates remain saturated when the pressure is set to 10 Torr in the ESEM chamber. Progressive dehydration of the microaggregates was obtained by reducing progressively the pressure to 3 Torr (**Figure 56**). Then, temperature was raised to 16°C to ensure complete dehydration of the microaggregates. Observations were performed along the dehydration process on seven microaggregates 100 to 300 µm in diameter. About ten diameters were measured for every microaggregate when it was still saturated as indicated by the presence of meniscus of water and when it was dehydrated because in equilibrium with 16°C and 3 Torr.

Depth (cm)	D _b	Granulometry			TOC	pH _w	Cation exchange capacity				
		< 2 μm	2-50 μm	50-2000 μm			CEC	Al ³⁺	K ⁺	Ca ²⁺	Mg ²⁺
150-160	0.96	740	175	85	2.1	5.1	2.80	0.14	0.02	0.01	0.02

Table 19. Physical and chemical characteristics of soils studied: bulk density (D_b) in $g\ cm^{-3}$; particle size distribution and total organic carbon (TOC) in $g\ kg^{-1}$; pH in water (pH_w), cation exchange capacity (CEC) and exchangeable cations (Al^{3+} , K^+ , Ca^{2+} , Mg^{2+}) in $cmol_c\ kg^{-1}$.

Tableau 19 : Caractéristiques physiques et chimiques des sols étudiés : densité apparente (D_b) en $g\ cm^{-3}$; composition granulométrique et teneur en carbone organique total (TOC) en $g\ kg^{-1}$; pH dans l'eau (pH_w) ; capacité d'échange cationique (CEC) et cations échangeables (Al^{3+} , K^+ , Ca^{2+} , Mg^{2+}) en $cmol_c\ kg^{-1}$.

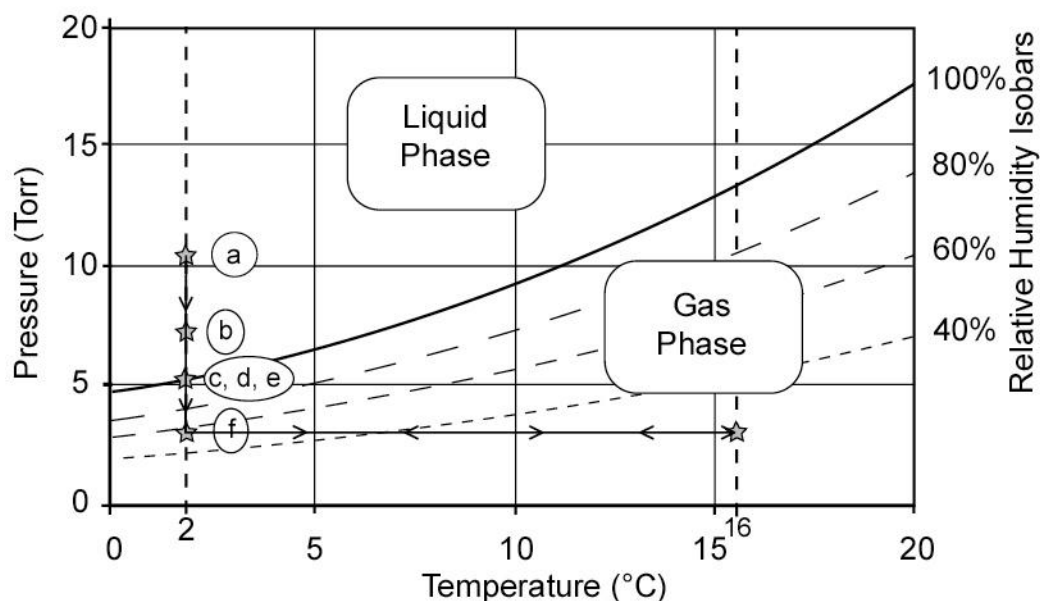


Figure 56: Path followed by the microaggregates during the dehydration in the chamber of the environmental scanning electron microscope. The letters correspond to the hydration states at which images were taken.

Figure 56 : *Trajet suivi par les microagrégats durant la déshydratation dans la chambre du microscope électronique à balayage environnemental. Les lettres correspondent à l'état d'hydratation auquel les images ont été prises.*

3- Results and discussion

Backscattered electron scanning images (BESI) showed a loose arrangement of sub-rounded microaggregates 100 to 500 μm in diameter (**Figure 57a**). Quartz grains 10 to 70 μm and cracks a few micrometers in thickness were visible in the clay phase of the microaggregates (**Figure 57b**). These microaggregates are similar to those described by Balbino et al. [1, 2] in Ferralsols located at the same site and in other Ferralsols [6, 12, 19]. Secondary electron scanning images with the FESEM showed that the uncoated microaggregates exhibit a rough surface (**Figure 57c and d**) where pseudo-hexagonal elementary particles 0.05 to 0.3 μm in size were visible (**Figure 57e and f**). These particles would correspond to particles of kaolinite that compose the bulk of the clay phase of Ferralsols [11].

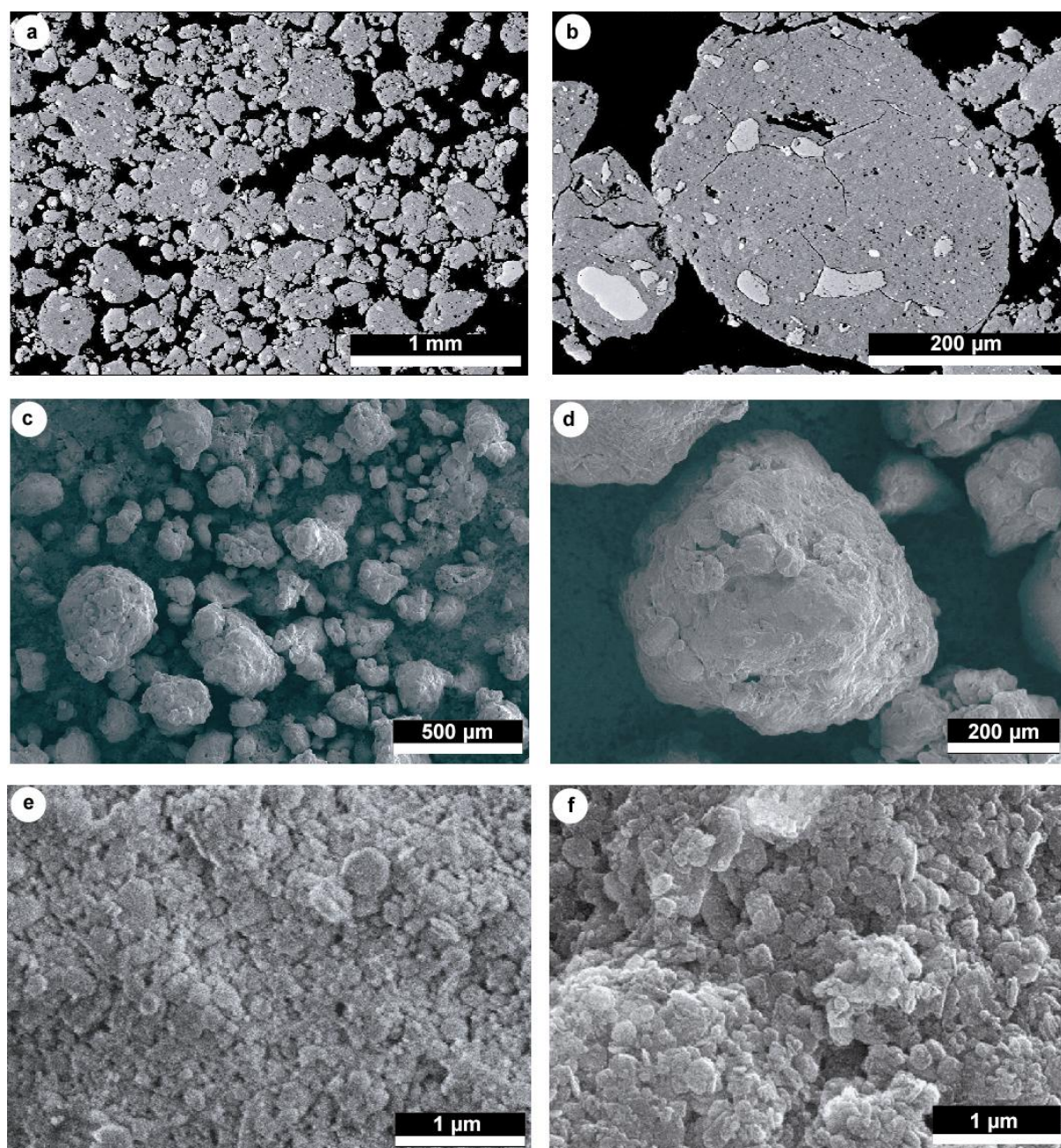


Figure 57: Dried microaggregates in scanning electron microscopy: a and b, back-scattered electron scanning electron images at an acceleration voltage of 15 kV (the black areas are voids occupied by resin, the light grey areas are quartz grains and the heterogeneous dark grey areas correspond to clay particles), c, d, e and f, secondary electron scanning images at an acceleration voltage of 2 kV (c, d and e) and 15 kV (f).

Figure 57 : Microagrégats secs observés au microscope électronique à balayage : a et b, images en mode électrons rétrodiffusés à une tension d'accélération de 15 kV (les zones noires représentent les vides occupés par la résine, les plages gris clair correspondent aux grains de quartz et les domaines gris foncés hétérogènes correspondent à la phase argileuse), c, d, e et f, images en mode électrons secondaires à une tension d'accélération de 2 kV (c, d et e) et 15 kV (f).

Examination of the microaggregates with the ESEM at 10 Torr and 2°C, showed the top of microaggregates that are partially submerged in water (**Figure 58a**). A decrease in the pressure to 7.2 Torr, the temperature remaining at 2°C, led to a deepening of the menisci and the contours were more visible (**Figure 58b**). At 5.1 Torr and 2°C, we were right under the saturation line and water evaporated (**Figure 56**). Water was still visible at the surface of the microaggregates and in the form of small menisci between the microaggregates (**Figure 58c and d**). Then without any variation of the pressure, the menisci disappeared (**Figure 58e**). Finally, examination of the microaggregates at 3.0 Torr and 2°C, after complete removal of water at 3.0 Torr and 16°C, showed dried microaggregates (**Figure 58f**).

We measured diameters of the microaggregates when they were in a hydration state corresponding approximately to **Figure 58d**. The same diameters were also measured on the microaggregates when they were dry (**Figure 58f**). Results showed that linear shrinkage expressed as percentage of the diameter of the saturated microaggregates ranged from 0.3 to 2.4 % (**Table 20**). The volumetric shrinkage was computed using the following relationship:

$$\frac{V_d}{V_s} = \left[1 - \left(\frac{D_s - D_d}{D_s} \right) \right]^3$$

with V_s and V_d , the specific volume in $\text{cm}^3 \text{g}^{-1}$ of the dried and saturated microaggregates respectively, D_s and D_d , the mean diameter of the dried and saturated microaggregates, respectively in length unit. Results showed that the volume of dried microaggregates was 93 to 99 % of their volume when they are saturated with a mean value of 97 %.

Aggregates	Wet condition		Dry condition		Averaged shrinkage for every microaggregate (%)	Ecart-type
	Pressure (Torr)	Temperature (°C)	Pressure (Torr)	Temperature (°C)		
1	5.1	2.0	3.0	2.0	2.4	0.7
2	5.1	2.0	3.0	2.0	1.6	0.7
3	5.1	2.0	3.0	2.0	0.4	0.6
4	7.0	2.0	4.1	15.0	0.4	0.6
5	7.0	2.0	4.1	16.0	0.4	0.5
6	7.0	2.0	4.1	16.0	1.3	0.8
7	7.0	2.0	4.1	13.5	0.3	0.3
Average (all microaggregates together)					1.0	0.6

Table 20. Shrinkage estimation at the time of desiccation of seven microaggregates and ESEM parameters.
Tableau 20. Estimation du retrait lors de la dessiccation de sept microagrégats et paramètres du microscope électronique à balayage environnemental.

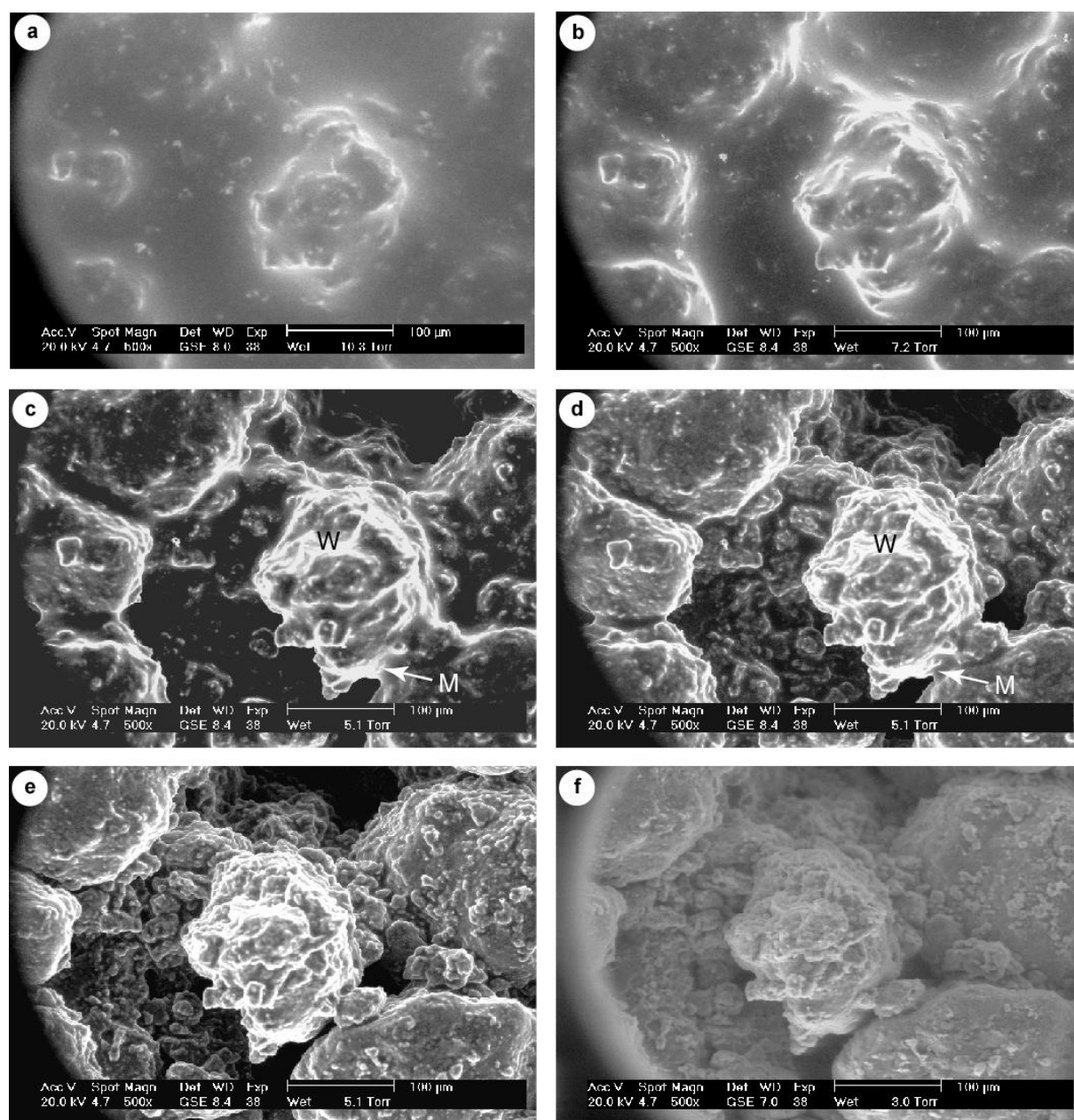


Figure 58: Drying of microaggregates in environmental scanning electron microscopy: a and b, partially submerged microaggregates at 10 and 7.2 Torr, respectively, and 2°C; c, d and e, drying microaggregates at 5.1 Torr and 2°C; f, dried microaggregates at 3 Torr and 2°C (M: meniscus, W: film of water).

Figure 58 : Déshydratation de microagrégats observée à l'aide d'un microscope électronique à balayage environnemental : a et b, microagrégats partiellement submergés à 10 et 7,2 Torr respectivement et 2 °C ; c, d et e, déshydratation des microagrégats à 5,1 Torr et 2 °C ; f, microagrégats secs à 3 Torr et 2 °C (M : ménisque, W : film d'eau).

4- Conclusion

Our results showed that the microaggregates selected are rather rigid fabrics. They are consistent with those published earlier by Pedro et al. [17] and Chauvel and Pédro [8] using macroscopic shrinkage measurements that were in favour of a lack of shrinkage for microaggregates. However, our results showed also that though the shrinkage recorded is very small, it varies between the microaggregates studied. That shrinkage is consistent with the shrinkage of the clayey phase recorded by Balbino et al. [1] for microaggregates with a very small organic matter content. The variability of microaggregates shrinkage could be due to specific composition and/or gathering of constituents. Thus, shrinkage of microaggregates with greater organic matter content and other mineralogy needs to be investigated to determine how shrinkage varies with soil composition. Finally, environmental scanning electron microscopy that becomes more widely applicable should lead to many studies of soil deformation when for drying and wetting.

References

- [1] Balbino, L.C., Bruand, A., Brossard, M., Guimarães, M.F., 2001. Comportement de la phase argileuse lors de la dessiccation dans des Ferralsols microagrégés du Brésil : rôle de la microstructure et de la matière organique. *Comptes Rendus de l'Académie des Sciences*, 332: 673-680.
- [2] Balbino, L.C., Bruand, A., Brossard, M., Grimaldi, M., Hajnos, M., Guimarães, M.F., 2002. Changes in porosity and microaggregation in clayey Ferralsols of the Brazilian Cerrado on clearing for pasture. *European Journal of Soil Science*, 53: 219-230.
- [3] Bartoli, F., Burtin, G. and Guerif, J., 1992. Influence of organic matter on aggregation in Oxisols rich in gibbsite or in goethite. II. Clay dispersion, aggregate strength and water-stability. *Geoderma*, 54: 259-274.
- [4] Braudeau, E., and A. Bruand. 1993. Détermination de la courbe de retrait de la phase argileuse à partir de la courbe de retrait établie sur échantillons de sol non remanié. Application à une séquence de sols de Côte-d'Ivoire. *Comptes Rendus de l'Académie des Sciences* 316:685-692.
- [5] Braudeau, E., Costantini, J.M., Bellier, G. and Colleuille, H., 1999. New Device and Method for Soil Shrinkage Curve Measurement and Characterization. *Soil Science Society of America Journal*, 63: 525-535.
- [6] Brewer, R. 1964. *Fabric and Mineral Analysis of soils*. John Wiley & Sons, New York.
- [7] Bruand, A., Cousin, I., Nicoullaud, B., Duval, O. & Bégon, J.C. 1996. Backscattered electron scanning images of soil porosity for analyzing soil compactation around roots. *Soil Science Society of America Journal*, 60, 895-901.
- [8] Chauvel, A. and Pédro, G., 1978. Sur l'importance de l'extrême dessiccation des sols (ultra-dessiccation) dans l'évolution pédologique des zones tropicales à saisons contrastées. *Comptes Rendus de l'Académie des Sciences*, t.286(Note série D): 1581-1584.

- [9] McDonough, C.M., Rooney, L.W., 1999. Use of the environmental scanning electron microscope in the study of cereal-based foods. *Cereal Foods World*, 44, 342-348.
- [10] EMBRAPA 1999. Centro Nacional de Pesquisa de solos (Rio de Janeiro, RJ). Sistema brasileiro de classificação de solos. EMBRAPA Produção de Informação, EMBRAPA Solos, Brasília, DF.
- [11] ISSS Working Group R.B. 1998. World Reference Base for Soil Resources: Introduction. In: J.A. Deckers, F.O. Nachtergaele and O.C. Spaargaren (Editors), First Ed. International Society of Soil Science (ISSS). ISRIC-FAO-ISSS-Acco. Leuven.
- [12] Kubiena, M.L. 1950. Zur micromorphologie der braunen and roten tropenboden. Transactions of the 4th International Congress of Soil Science, Amsterdam, 1, 304-307.
- [13] Lehmann, J., Cravo, M.d.S. and Zech, W., 2001. Organic matter stabilization in a xanthic ferralsol of the central Amazon as affected by single trees: chemical characterization of density, aggregate, and particle size fractions. *Geoderma*, 99: 147-168.
- [14] Monnier G., Stengel P., Fiès J.-C., 1973. Une méthode de mesure de la densité apparente des petits agglomérats terreux. Application à l'analyse des systèmes de porosité du sol. *Ann. Agron.*, 24(5): 533-545.
- [15] Montes-Hernandez, G., Duplay, J., Martinez, L. and Mendoza, C., 2003. Swelling-shrinkage kinetics of MX80 bentonite. *Applied Clay Science*, 22: 279-293.
- [16] Neufeldt, H., Ayarza, M.A., Resk, D.V.S., Zech, W., 1999. Distribution of water-stable aggregates and aggregating agents in Cerrado Oxisols. *Geoderma*, 93: 85-99.
- [17] Pédro, G., Chauvel, A. and Melfi, A.J., 1976. Recherches sur la constitution et la genèse des *Terra Roxa Estruturada* du Brésil. *Annales agronomiques*, 27(3): 265-294.
- [18] Roman-Gutierrez, A.D., Guilbert, S. and Cuq, B., 2002. Description of Microstructural Changes in Wheat Flour and Flour Components during Hydration by using Environmental Scanning Electron Microscopy. *Lebensm.-Wiss. u.-Technol.*, 35: 730-740.
- [19] Trapnell, C.G., Webster, R. 1986. Microaggregates in red earths and related soils in East and Central Africa, their classification and occurrence. *Journal of Soil Science*, 37, 109-123.
- [20] Westerhof R., Buurman P., Van Griethuysen C., Ayarza M., Vilela L., Zech W., 1999. Aggregation studied by diffraction in relation to plowing and liming in the Cerrado region in Brazil. *Geoderma*, 90: 277-290.

IV- Microagrégation et porosité

L'état structural des Ferralsols est étroitement dépendant de leur état microagrégé. Or cet état n'est pas simple à décrire. En effet, compte tenu de la taille des microagrégats, toute approche morphologique nécessite, comme nous l'avons vu plus haut, une approche à plusieurs échelles. Or, celle-ci devient extrêmement lourde dès lors que l'on désire la rendre quantitative (i.e. approches mettant en œuvre des techniques d'analyse d'image).

Notre objectif est ici de rechercher s'il est possible d'établir une relation entre la densité apparente des horizons et leur état microagrégé. L'état microagrégé sera quantifié à l'aide de mesures par tamisage de la distribution de taille "d'agrégats". Ces derniers correspondent soit à des microagrégats isolés, soit à des assemblages de microagrégats ayant une cohésion suffisante pour résister lors du tamisage. Si une relation existe avec la densité apparente, il sera alors possible de caractériser l'état microagrégé des sols à l'aide de la densité apparente. Cette dernière est une caractéristique du sol beaucoup plus aisément accessible que ne le sont les méthodes nécessitant l'analyse directe de l'état microagrégé.

Ce chapitre a été soumis pour publication en novembre 2004 à Soil Science Society of America Journal.

Modelling Bulk Density According to Aggregate Size Distribution in a Brazilian Clayey Oxisol.

Nathalie Volland-Tuduri^a, Ary Bruand^a, Michel Brossard^b, Luíz Carlos Balbino^c, Maria Inês Lopes de Oliveira^d, Éder de Souza Martins^d.

^a Institut des Sciences de la Terre d'Orléans (ISTO), UMR 6113 CNRS-UO, Université d'Orléans, Géosciences, BP 6759, 45067 Orléans Cedex 2, France.

^b IRD, BP 64501, 34394 Montpellier Cedex 5, France.

^c EMBRAPA Arroz e Feijão, C.P. 179 - CEP 75.375-000 Santo Antônio de Goiás – GO, Brazil.

^d EMBRAPA Cerrados, C.P. 08223, 73301-970 Planaltina-DF, Brazil.

Abstract

The physical properties of Brazilian Oxisols are closely related to the development of their microstructure. Soil bulk density, particle and aggregate size distributions were studied in a Brazilian clayey Oxisol under native vegetation and pasture. The objective of this work was to relate the aggregate size distribution to the bulk density (D_b) in the soil studied. Result showed that the clay content ranged from 672 to 798 g kg⁻¹ among the 80 horizons studied. D_b was poorly correlated with clay content ($R^2 = 0.358$) and at a given depth was not systematically smaller under native vegetation than under pasture. Backscattered electron scanning images (BESI) showed that the microaggregates were either in loose arrangement or agglomerated. The mass proportion of microaggregates in loose arrangement (Φ_L) can be measured using the < 0.84 mm soil material that is obtained by dry sieving and varies from 0.08 to 0.84. Finally, our results showed that D_b varied directly with Φ_L and indirectly with the mass proportion of agglomerated microaggregates (Φ_A). Linear regression coefficients were calculated for the relationship between $\Phi_{<0.84}$ and the reciprocal of bulk density ($1/D_b$) ($\Phi_{<0.84} = 1.968 (1/D_b) - 1.522$, $R^2 = 0.815$).

1- Introduction

Due to the lack or minimal development of macrostructure, the physical properties of most Oxisols in Brazil are closely related to their microstructure, which usually consists of very stable microaggregates 80 to 200 μm in size (e.g. Lima and Anderson, 1997; Furian et al., 1999; Neufeldt et al., 1999). As a result and despite the small development of macrostructure, the bulk density (D_b) under native vegetation is usually lower than in many other Brazilian soils (Camargo et al., 1988; Brossard et al., 1997). Values of $D_b < 1 \text{ g cm}^{-3}$ are common in Oxisols with a strong microstructure (Bernoux et al., 1998; Neufeldt et al., 1999). When land is cleared for pasture or more intensive agricultural usage, the structure is usually altered and results in an increase in D_b (Stone and Da Silveira, 1978; Curmi et al., 1992; Tavares-Filho and Tessier, 1998; Kondo and Dias Junior, 1999). Macropores that resulted from biological activity under native vegetation are the first to disappear when the soil is cultivated, particularly in the topsoil (Borges et al., 1999). Tavares Filho (1995) studied tilled clayey Oxisols developed on basalts in southern Brazil and showed that microaggregate arrangement closeness both in topsoil and subsoil was increased by management practices. This was also observed by Balbino et al. (2001 and 2004) as well as a decrease in microaggregate development in Brazilian clayey Oxisols on clearing for pasture. This was interpreted as resulting from a change in the faunal activity in the soil. Neufeldt (2001) showed that under a low productivity pasture, D_b was 1.2 g cm^{-3} at 0–0.1 m depth, compared with $< 1.1 \text{ g cm}^{-3}$ at the same depth under native vegetation. On the other hand, Lilienfein et al. (1999) compared D_b of Savana Oxisols in Brazil and did not record any significant difference at 0–0.1 m depth between the soil under native vegetation and under degraded pasture. Finally, Desjardin et al. (2004) studied the effect of forest conversion to pasture on soil carbon content in Brazilian Amazonia. They did not record any variation of D_b after 15 years of pasture in a clayey Oxisol, but an increase of about 0.2 g cm^{-3} in a sandy clayey Oxisol.

Variation of D_b as related to other soil properties (e.g. texture, organic carbon content, depth) has been discussed in many studies. Among them, Alexander (1980) studied 721 horizons from California soils to evaluate the correlation of D_b with the organic carbon content, water content at -1500 kPa , the particle size distribution, depth and CaCO_3 content. Rawls (1983) used 2721 soil horizons of the USDA sol data base to predict D_b using particle size distribution and organic matter. Manrique and Jones (1991) studied about 12000 soils mostly from continental USA, Hawaiï and Puerto Rico. They showed that D_b was mainly correlated with organic carbon content for Inceptisols ($R^2 = 0.60$) and Spodosols ($R^2 = 0.64$). They also

showed that D_b closely correlated with organic carbon and clay content, water content at -1500 kPa as well as the -1500 kPa water to clay ratio ($0.53 < R^2 < 0.74$) when the data were partitioned by suborders for Ultisols, Alfisols, Vertisols, Oxisols and Inceptisols. Bernoux et al. (1998) studied 62 Brazilian Oxisols and also found that D_b was closely related with clay and organic carbon content ($R^2 = 0.71$). Prevost (2004) found logarithmic relationships between D_b and the organic matter concentration in two Spodosols ($R^2 = 0.73$ and 0.85) located in the Canadian boreal forest. Finally, Calhoun et al. (2001) developed pedotransfer functions for D_b using a 987-horizons data set composed of data for soils of Ohio. They showed that using a combination of continuous variables (laboratory data) and nominal variables (site/state factor and morphological class description) significantly improves prediction of D_b . This improvement can be explained by the residual variation of D_b within classes combining particle size distribution and organic carbon content, particularly in topsoils because of variation related to soil use and its consequences on soil structure development (Neves et al., 2003). The objective of this study was (i) to study D_b and microaggregate development according to depth and soil use in a Brazilian clayey Oxisol when clearing for pasture, (ii) and then to relate D_b to aggregate size distribution for the soil studied, thus enabling estimation of aggregate size distribution using D_b as a single estimator.

2- Materials and Methods

a- Soil Characteristics

The study site is located in the Brazilian Savannah biome (Cerrado) on a farm (Fazenda Rio de Janeiro), 15 km north of Planaltina de Goiás ($15^{\circ}14'S$, $47^{\circ}42'W$) in the state of Goiás. The native vegetation is a xeromorph forest (*Cerradão*) with most trees less than 20 m high. Most of the area was cleared in the last 20 years. The elevation at the site ranges from 780 to 810 m. The mean annual temperature is $22^{\circ}C$ and the mean annual rainfall is 1100 mm with less than 100 mm over the period from May to September.

The soils are Typic Haplustox in the U.S. Soil Taxonomy (Soil Survey Staff, 1996) or Latossolo Vermelho according to the Brazilian classification (EMBRAPA, 1999). They developed in deeply weathered Meso-neoproterozoic metasedimentary rocks (Paranoá Group), which are conglomerates topped by quartzite and metasiltite. Balbino et al. (2002a) studied Oxisols in the same area and found that the soils show little or no distinct horizonation. They also found that the macrostructure is weak to moderate and they have

typically a strong microstructure with near spherical microaggregates from 50 to 500 μm in size. Balbino et al. (2002a) also found that the clay content ranges from 700 to 800 g kg^{-1} , the bulk density from 0.8 to 1.2 g cm^{-3} . They showed that the organic carbon content is $< 30 \text{ g kg}^{-1}$ in the surface horizons under native vegetation.

Two soils under native vegetation (NV1 and NV2)¹ were selected at two locations along a slope. The soils NV1 and NV2 were located approximately upslope and in the middle of the slope, respectively. Three soils under a pasture of *Brachiaria brizantha* cv. Marandú (BRA-000591, CIAT 6294) were selected: a 13 year-old pasture (PA1), a 10 year-old pasture (PA2) and a 2 year-old pasture (PA3). The soil PA2 on one hand and PA1 and PA3 on the other hand were at similar location along the slope than the soils NV1 and NV2, respectively. The five soils were located within a quadrilateral area of about 1 km^2 .

¹ Correspondances des noms de profils avec le reste de la thèse :

NV1 = CER 1

NV2 = CER 2

PA1 = PAT 1

PA2 = PAT 2

PA3 = PAT 3

b- Soil sampling and methods

We sampled five pits in April 2002. A single sample was collected every 0.1 m from the surface down to 1.6 m depth, air-dried and passed through a 2 mm sieve prior to organic carbon and particle size distribution analysis. For the samples collected from 0 to 0.4 m depth, organic matter was removed with H_2O_2 prior to dispersion. The soil was dispersed by adding 10 g of < 2 mm soil to 100 ml of water with 10 ml of NaOH (40 g L^{-1}) and 10 ml of Na hexametaphosphate solution (50 g of hexametaphosphate with 7 g of Na_2CO_3 in 1 L of deionised water) (Camargo et al., 1986; Balbino et al., 2001). After resting 10 hours, the suspension was mechanically agitated overnight. The $< 2 \mu\text{m}$ and $2\text{--}20 \mu\text{m}$ fractions were obtained by the pipette method. The sand fraction ($> 50 \mu\text{m}$) was separated by sieving. The $20\text{--}50 \mu\text{m}$ fraction was estimated as the difference between the sum of the different measured fractions expressed as g kg^{-1} .

Undisturbed samples were collected in duplicate using Kubiena boxes, at 0–0.1, 0.3–0.4, 0.8–0.9 and 1.5–1.6 m in each soil for thin section preparation. The undisturbed samples were impregnated under a suction of 5 kPa, with a polyester resin that was diluted with styrene monomer and left 4 weeks to ensure complete polymerisation. One thin section $4.5 \text{ cm} \times 6 \text{ cm}$ was made with every impregnated sample following the method of FitzPatrick (1984). They were polished with diamond grains of decreasing size and coated with carbon (Bruand et al., 1996). Then, the thin sections were examined in scanning electron microscopy (SEM, Cambridge 90B) using the emission of backscattered electrons.

Cylindrical soil cores 1300 cm^3 in volume were collected in triplicate from the 0–0.1, 0.1–0.2 and 0.2–0.3 m layers. Then, they were collected in duplicate deeper in the soil. The water content ranged from 0.18 to 0.26 g g^{-1} in the soils studied. The bulk density (D_b) was measured by weighing the soil within the 1300 cm^3 cylindrical soil cores after oven-drying at 105°C for 60 hours. Then, the soil contained in every cylindrical soil core was sieved by dry sieving using 19.10, 4.76, 2.00, 0.84 and 0.25 mm meshed sieves, the smallest meshed sieve being able to separate the microaggregates. Because of great soil friability, the soil was sieved without any hand breaking prior sieving. Mechanical agitation with an horizontal movement was applied to the column of 5 sieves during 30 seconds (PRODUTEST, Brazil). The results are presented as the mean values of mass (g kg^{-1}) in each fraction. In addition, a thin section was prepared for soil material sampled in the different size classes at 0–0.1, 0.3–0.4, 0.8–0.9 and 1.5–1.6 m in each soil.

3- Results and discussion

a- Bulk Density and Soil Properties

Results showed that D_b ranged from 0.92 to 1.08 g cm⁻³ between 0 and 0.50 m depth in NV1, NV2, PA2 and PA3 (**Table 21**). At depth, D_b ranged from 0.87 to 0.98 g cm⁻³. The largest D_b was recorded in PA1, ranging from 1.07 to 1.18 g cm⁻³ between 0 and 0.7 m depth and from 0.94 to 1.07 g cm⁻³ at depth. At every depth, the mean difference between the values of D_b was 0.03 g cm⁻³ in NV1, NV2 and PA3, 0.05 g cm⁻³ in PA1 and PA2.

The clay content ranged from 672 to 798 g kg⁻¹ among the 80 samples collected, but its variation within each soil was relatively small (**Table 21**). The difference between the greatest and the smallest clay content was 33, 48, 31, 43 and 38 g kg⁻¹ in NV1, PA2, NV2, PA1 and PA3, respectively. The clay content was slightly smaller in PA1 than in the other soils studied. The sand content was < 120 g kg⁻¹ in all the samples collected, except in the topsoil of NV1 (from 0 to 0.4 m depth) where it ranged from 128 to 158 g kg⁻¹. The silt content ranged from 108 to 185 g kg⁻¹ in NV1, PA2, NV2 and PA3 and from 194 to 249 g kg⁻¹ in PA1. These particle size distributions are similar to those recorded by Balbino et al. (2002b) for Oxisols studied in the same area.

Regression analysis showed that D_b was poorly correlated with clay content ($R^2 = 0.358$), the coefficients of the relationship between D_b and clay content being significant at only 0.95. Multivariate analysis showed that combination of clay content with sand or silt content does not improve the closeness of the relationship and increases the standard error.

Table 21 Soil physical properties.

Depth m	Bulk density		Particle size distribution, μm		
	Mean g cm^{-3}	Range	<2 g kg^{-1}	2–50 g kg^{-1}	50–2000
NV1					
0–0.1	0.96	0.95–0.97	707	136	158
0.1–0.2	1.03	1.00–1.09	712	154	134
0.2–0.3	1.03	1.00–1.07	732	139	128
0.3–0.4	1.05	1.04–1.05	742	121	137
0.4–0.5	1.00	0.98–1.03	736	153	111
0.5–0.6	0.92	0.91–0.93	731	167	102
0.6–0.7	0.90	0.89–0.91	747	140	113
0.7–0.8	0.92	0.90–0.94	741	167	93
0.8–0.9	0.93	0.92–0.94	752	140	108
0.9–1.0	0.91	0.90–0.92	734	173	94
1.0–1.1	0.93	0.93–0.93	753	141	106
1.1–1.2	0.98	0.94–1.02	729	180	91
1.2–1.3	0.98	0.94–1.02	751	141	108
1.3–1.4	0.94	0.93–0.95	723	185	92
1.4–1.5	0.93	0.93–0.93	739	155	106
1.5–1.6	0.96	0.94–0.97	740	175	85
NV2					
0–0.1	–	–	752	132	116
0.1–0.2	0.95	0.92–0.98	751	145	104
0.2–0.3	0.92	0.90–0.94	755	140	105
0.3–0.4	0.97	0.95–0.98	740	172	88
0.4–0.5	0.96	0.96–0.97	757	148	95
0.5–0.6	0.93	0.93–0.94	771	148	81
0.6–0.7	0.91	0.89–0.92	755	158	87
0.7–0.8	0.89	0.88–0.91	761	155	84
0.8–0.9	0.89	0.89–0.89	749	154	97
0.9–1.0	0.91	0.90–0.92	762	153	85
1.0–1.1	0.92	0.89–0.94	755	149	96
1.1–1.2	0.92	0.89–0.94	744	171	85
1.2–1.3	0.92	0.91–0.92	751	146	103
1.3–1.4	0.92	0.89–0.95	740	173	87
1.4–1.5	0.89	0.89–0.89	755	135	110
1.5–1.6	0.89	0.88–0.90	738	173	89
PA1					
0–0.1	1.07	1.05–1.08	693	197	111
0.1–0.2	1.14	1.09–1.16	715	194	91
0.2–0.3	1.15	1.11–1.17	713	205	83
0.3–0.4	1.15	1.15–1.15	713	197	90
0.4–0.5	1.18	1.17–1.19	678	225	96
0.5–0.6	1.15	1.13–1.17	672	238	90
0.6–0.7	1.13	1.09–1.17	689	226	85
0.7–0.8	1.07	1.02–1.12	685	237	78
0.8–0.9	1.02	1.01–1.03	696	219	84
0.9–1.0	1.00	0.97–1.03	687	234	79
1.0–1.1	1.06	1.04–1.07	707	207	86
1.1–1.2	1.04	1.00–1.07	684	243	73
1.2–1.3	1.04	1.04–1.05	707	207	86
1.3–1.4	1.02	0.99–1.05	672	249	79
1.4–1.5	0.95	0.92–0.99	709	201	90
1.5–1.6	0.94	0.94–0.94	689	233	78

Table 21 continue

PA2

0–0.1	1.03	0.96–1.08	748	139	113
0.1–0.2	0.99	0.97–1.01	748	136	116
0.2–0.3	1.08	1.05–1.10	785	121	94
0.3–0.4	1.03	1.03–1.04	796	122	82
0.4–0.5	0.97	0.92–1.02	749	167	84
0.5–0.6	0.95	0.92–0.97	773	153	74
0.6–0.7	0.93	0.91–0.95	787	126	87
0.7–0.8	0.93	0.89–0.96	776	154	69
0.8–0.9	0.92	0.92–0.93	796	112	92
0.9–1.0	0.93	0.91–0.95	774	154	72
1.0–1.1	0.93	0.91–0.95	792	117	91
1.1–1.2	0.92	0.91–0.93	760	170	70
1.2–1.3	0.88	0.84–0.92	793	108	99
1.3–1.4	0.91	0.88–0.93	759	172	69
1.4–1.5	0.87	0.83–0.91	785	121	94
1.5–1.6	0.95	0.94–0.96	750	179	71

PA3

0–0.1	1.08	1.04–1.12	760	134	105
0.1–0.2	1.00	0.96–1.06	766	143	91
0.2–0.3	0.97	0.96–0.98	765	140	95
0.3–0.4	0.97	0.97–0.97	782	132	87
0.4–0.5	0.97	0.94–0.99	755	152	93
0.5–0.6	0.92	0.91–0.92	785	130	85
0.6–0.7	0.92	0.91–0.92	782	124	94
0.7–0.8	0.90	0.90–0.90	794	117	89
0.8–0.9	0.92	0.90–0.93	783	143	74
0.9–1.0	0.91	0.89–0.93	794	115	91
1.0–1.1	0.90	0.89–0.92	798	108	94
1.1–1.2	0.90	0.88–0.93	779	145	77
1.2–1.3	0.89	0.89–0.90	761	141	98
1.3–1.4	0.91	0.89–0.92	787	129	84
1.4–1.5	0.93	0.92–0.95	773	151	76
1.5–1.6	0.91	0.90–0.93	787	123	90

b- Bulk Density and Clearing Land for Pasture

Balbino et al. (2002b) showed that clearing native vegetation and using the land for pasture would increase D_b because of a dramatic decrease in the microaggregate development. If we assume that at similar topographic location in the area studied, there was little variation of D_b at every depth before land clearing, NV1 can be compared with PA2, as well as NV2 with PA1 and PA3. Then, our results showed no significant difference of D_b ($P = 0.95$) at every depth between NV1 and PA2 (**Table 21**). A little lower along the slope, D_b was greater in PA1 than in NV2 at every depth from the surface to 1.6 m depth, and similar in PA3 to NV2 at every depth from the surface to 1.6 m depth. The increase in D_b shown in PA1 might be related to the increase in microaggregate packing closeness recorded by Tavares Filho (1995) in Oxisols developed in Southern Brazil. It might be also related to the decrease in microaggregate development shown by Balbino et al. (2002b) in Oxisols in the same area when clearing the native vegetation for pasture. The lack of vertical variation in PA3 might be related to the youthfulness of the pasture (2 year-old pasture) compared to PA1 (13 year-old pasture). However, our results showed that D_b was not systematically greater under native vegetation than under cultivated land as suggested in earlier studies.

c- Microaggregate development

Backscattered electron scanning images (BESI) showed that microaggregates mostly ranged from approximately 50 to 800 μm in size and consequently are partly bigger than those described in other Brazilian Oxisols (e.g. Lima and Anderson, 1997; Furian et al., 1999; Neufeldt et al., 1999) (**Figure 59**). BESI also showed at low magnification areas where the microaggregates were in loose packing arrangement (L, see **Figure 59a**) and others where they were agglomerated (A, see **Figure 59b**), the microaggregates still showing their contours and also being recognizable because of the presence of multiconcave inter-microaggregates voids. The limit between these two types of areas was either sharp (**Figure 59c**) or progressive (**Figure 59d**). BESI showed that arrangement L is dominant in all horizons at depth > 0.5 m, except in PA1 where arrangement A is dominant in all horizon at depth < 0.9 m. At 0-0.1 m depth in PA1, the whole microaggregates were agglomerated.

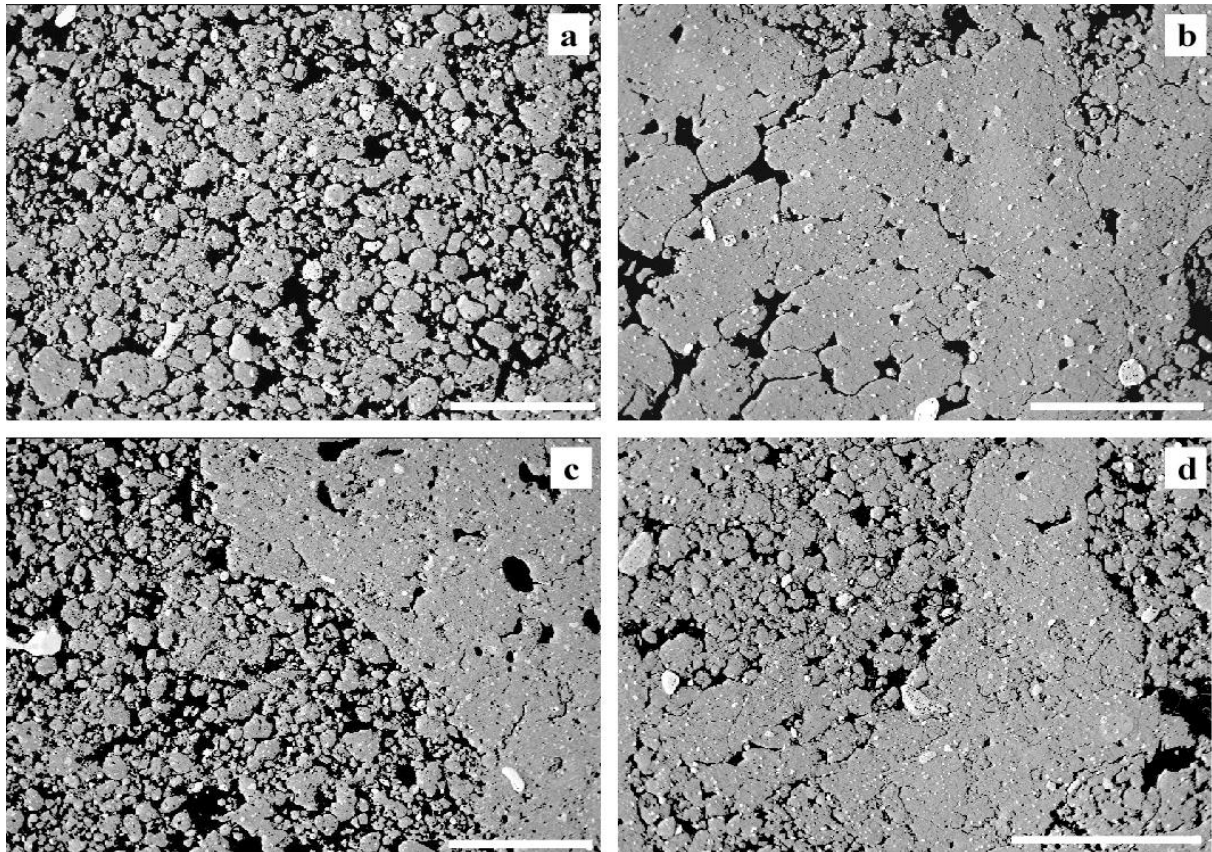


Figure 59: Backscattered electron scanning images of the microaggregates arrangement in undisturbed samples : (a) loose packing at 1.5–1.6 m depth under native vegetation in NV2; (b) agglomerated microaggregates with multiconcave voids at 0.3–0.4 m under pasture in PA2; (c) microaggregates in both arrangements at 1.5–1.6 m under native vegetation in NV2; (d) microaggregates in both arrangements at 0.3–0.4 m under pasture in PA3. The black areas are voids occupied by resin, the light gray areas are quartz or oxides grains and the gray areas correspond to the porous clayey phase (scale bar: 2 mm).

d- Bulk density and Aggregate Size Distribution

BESI showed that the > 19.1 mm, 19.1–4.76 mm, 4.76–2 mm and 2.00–0.84 mm classes that resulted from sieving consisted of microaggregates, 50 to 800 μm in size, in arrangement A (**Figure 60a-f**). On the other hand, the 0.84–0.25 and < 0.25 mm classes mainly consisted of individual microaggregates (**Figure 60g and h**) that is consistent with the size of microaggregates in the soil studied. Thus, the value of 0.84 mm can be used to separate microaggregates from the rest of soil material.

In NV1, NV2, PA2 and PA3, most soil material was < 0.84 mm. In these soils, the proportion of soil material < 0.84 mm increased with depth (**Figure 61a,b,d,e**). In PA1, soil material < 0.84 mm was much less numerous than in the other soils studied from the surface to 1.2 m depth (**Figure 61c**). However, there was also an increase in the proportion of soil material < 0.84 mm with depth (**Figure 61c**).

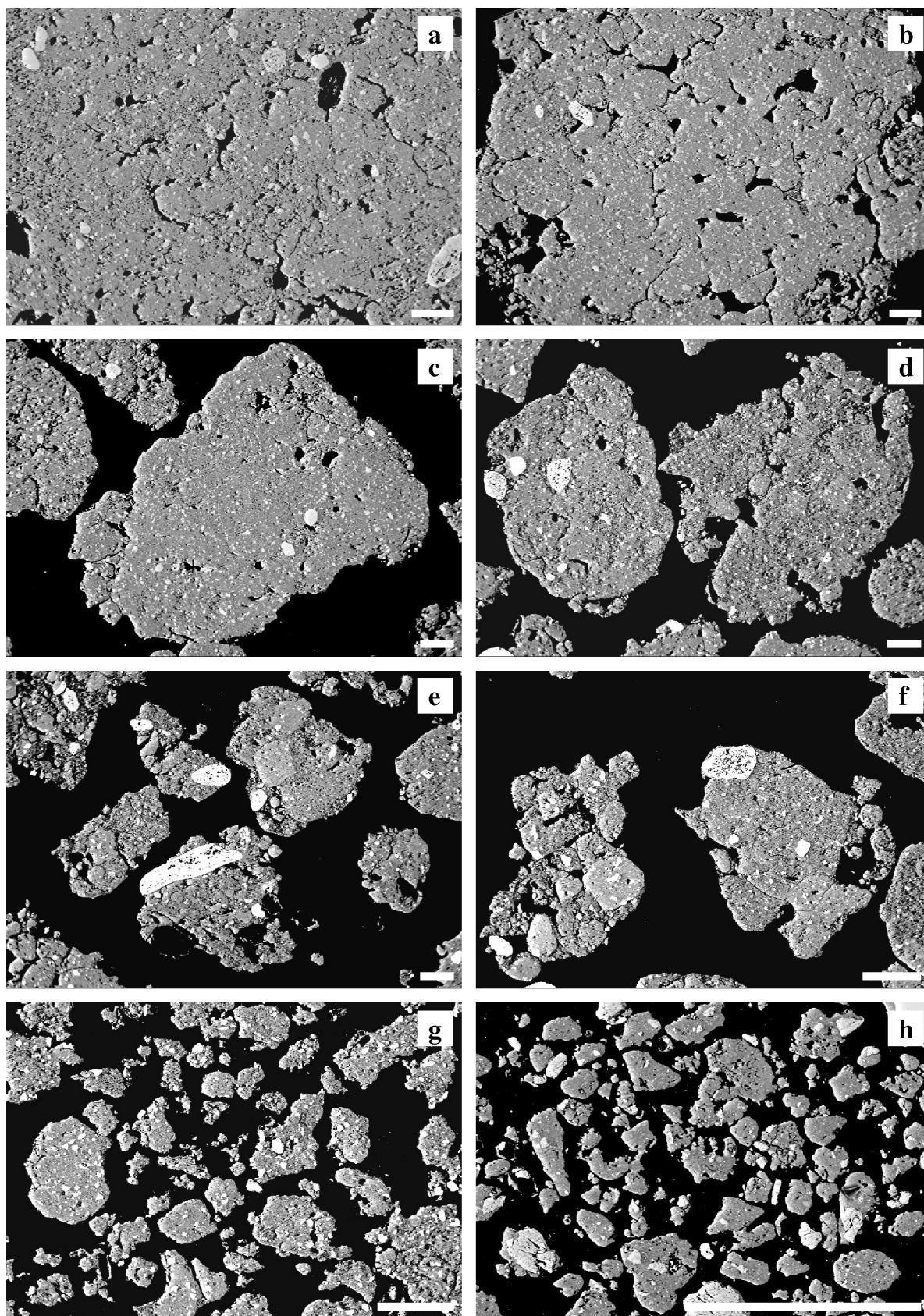


Figure 60: Backscattered electron scanning images of the different soil material fractions: (a) the >19.1mm class; (b) the 4.76 to 19.1 mm class; (c and d) the 2 to 4.76mm class; (e and f) the 0.84 to 2 mm class; (g) the 0.25 to 0.84 mm class; (h) the <0.25mm class. The black areas are voids occupied

by resin, the light gray areas are quartz or oxides grains and the gray areas correspond to clay particles (scale bar: 500 μm).

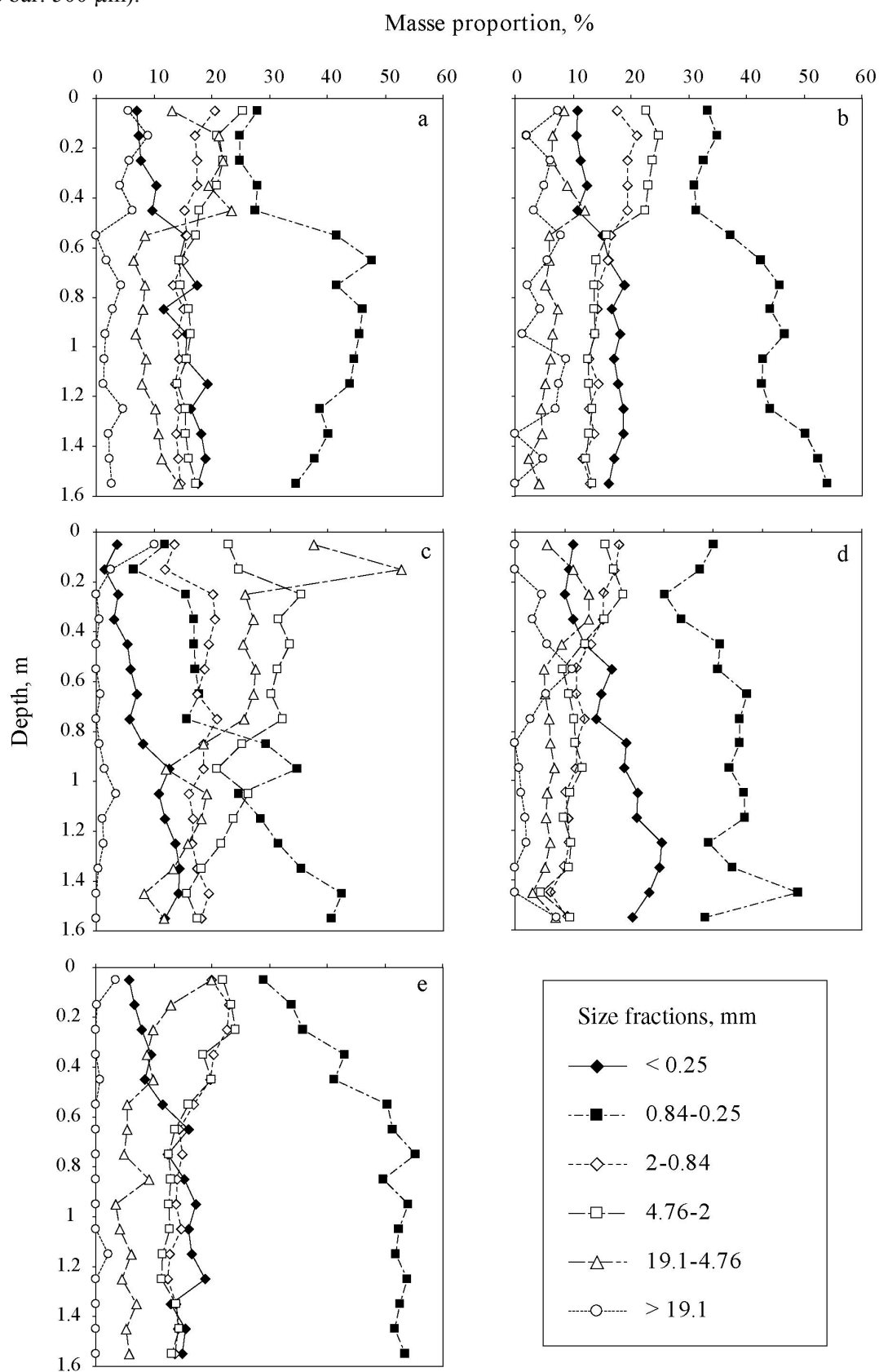


Figure 61: Aggregate size distribution recorded for the soil sampling: a and b, soil under native vegetation (NV1 and NV2 respectively); c, soil under the 13 year-old pasture (PA1); d, soil under the 10 year-old pasture (PA2); e, soil under the 2 year-old pasture (PA3).

Assuming no interaction between arrangements L and A, the structure can be described as a combination of arrangement L and arrangement A at every depth. The volume of voids in the soil (V_v , in cm^3 per g of soil oven-dried at 105°C) can be written as follows:

$$V_v = \Phi_L V_{v,L} + \Phi_A V_{v,A}, \quad (1)$$

with $V_{v,L}$ and $V_{v,A}$, volume of voids of arrangements L and A, respectively, Φ_L and Φ_A , mass proportion of soil in arrangement L and A, respectively with:

$$\Phi_L + \Phi_A = 1. \quad (2)$$

Combining equations (1) and (2), we obtain:

$$V_v = \Phi_L V_{v,L} + (1 - \Phi_L) V_{v,A},$$

and thus:

$$V_v = \Phi_L (V_{v,L} - V_{v,A}) + V_{v,A}$$

$$\Phi_L = \frac{(V_v - V_{v,A})}{(V_{v,L} - V_{v,A})} \quad (3)$$

The bulk density (D_b) is related to V_v as follows:

$$V_v = \left(\frac{1}{D_b} \right) - V_s \quad (4)$$

with V_s , specific volume of the solid phase in cm^3 of solid per g of soil. Combining equations (3) and (4), we obtain:

$$\Phi_L = \left(\frac{1}{D_b} \right) \cdot \left(\frac{1}{(V_{v,L} - V_{v,A})} \right) - \frac{(V_s + V_{v,A})}{(V_{v,L} - V_{v,A})} \quad (5)$$

According to BESI observations of the aggregates size classes, Φ_L and Φ_A can be estimated using the proportion of soil material respectively smaller and greater than 0.84 mm.

Figure 62 shows that Φ_L increased linearly with $1 / D_b$ and the regression equation was:

$$\Phi_L = 1.968 \cdot \left(\frac{1}{D_b} \right) - 1.522 \quad (6)$$

Then, according to equations (5) and (6), we obtain:

$$\frac{1}{(V_{v,L} - V_{v,A})} = 1.968$$

and:

$$\frac{(V_s + V_{v,A})}{(V_{v,L} - V_{v,A})} = 1.522.$$

Assuming $V_s = 0.377 \text{ cm}^3 \text{ g}^{-1}$, reciprocal of the average particle density 2.65 g cm^{-3} that was determined by Balbino et al. (2002b) on similar soils, we obtain:

$$V_{v,A} = 0.396 \text{ cm}^3 \text{ g}^{-1}$$

$$V_{v,L} = 0.904 \text{ cm}^3 \text{ g}^{-1}.$$

The porosity of arrangement L (P_L) and A (P_A) can be computed using $V_{v,L}$ and $V_{v,A}$, respectively with :

$$P_L = \frac{V_{v,L}}{(V_{v,L} + V_s)} \quad (7)$$

and

$$P_A = \frac{V_{v,A}}{(V_{v,A} + V_s)}. \quad (8)$$

Thus, we obtain:

$$P_L = 0.706$$

$$P_A = 0.512.$$

The porosity resulting from the arrangement of microaggregates was 38% greater than for the macroaggregates.

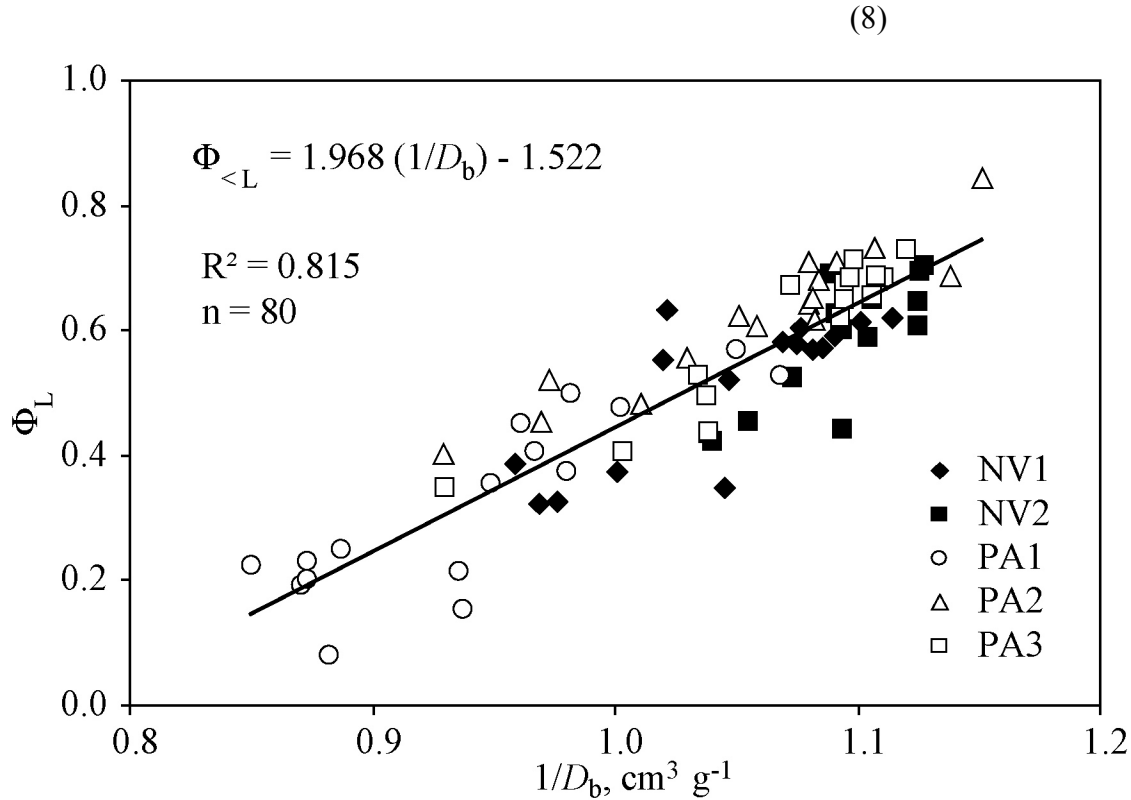


Figure 62: The mass proportion of soil in arrangement L (Φ_L) as a function of the inverse of bulk density ($1/D_b$) for the soils studied as a whole. The solid line is the linear regression of Φ_L against $1/D_b$.

4- Conclusions

Our results showed that in the Brazilian Oxisols studied, microaggregates were either in loose arrangement or agglomerated, dry soil sieving enabling the measurement of the proportion of each type of arrangement. Our results also showed that the aggregate size distribution was closely related to D_b . Microaggregates in loose arrangement result in soil material < 0.84 mm when sieving because of a small soil cohesion. The porosity resulting from the loose arrangement of microaggregates was greater than for those agglomerated. The model proposed for the proportion of soil material < 0.84 mm according to D_b enables discussion of microstructure and more generally of soil structure of the Brazilian clayey Oxisols studied, using D_b as a single estimator, that is much more easily accessible than aggregate size distribution description. Finally, our results showed that D_b at a given depth was not systematically greater under pasture than under native vegetation. As regards the latter point, the model proposed should enable a more accurate analysis of structural changes according to land use.

VI- Conclusion

L'absence de macrostructure opposée à une microstructure très développée est connue comme étant l'une des principales caractéristiques des Ferralsols. C'est le cas des Ferralsols étudiés dans cette thèse. Si certains horizons présentent un état massif à débit polyédrique, la plupart d'entre eux sont des horizons de surface et en profondeur l'état microagrégé domine.

L'analyse morphologique détaillée de la structure à différentes échelles nous a permis d'établir une typologie des modes d'assemblages présents dans ces sols. Le but était ici de quantifier des variations possibles de structure entre profils sous différentes utilisations du sol. Cependant, aucune différence significative n'a été mise en évidence en fonction de l'occupation "végétation naturelle" ou en "pâturage". Aucune différence n'a été mise en évidence aussi en fonction de la position topographique. Seul le profil en bas de pente (PAT 1) se distingue des autres par une densité apparente plus élevée et par la présence d'une macrostructure polyédrique dans les 40 premiers centimètres.

Les Ferralsols subissent des conditions climatiques avec des saisons sèches prononcées entraînant de nombreux phénomènes de dessiccation. Nous avons alors montré que la dessiccation n'entraînait pas de variation de volume à l'échelle du microagrégat grâce à des observations réalisées à l'aide d'un microscope électronique à balayage environnemental (MEBE). On peut alors en déduire que la distribution de taille des pores intra-microagrégats et inter-microagrégats ne varient pas lors de la phase d'humectation-dessiccation.

Enfin, l'analyse de la relation entre le développement de la microagrégation et celui de la porosité, a démontré que la densité apparente était étroitement liée à la distribution de taille des microagrégats. Le modèle proposé dans cette étude, permet l'estimation de la fraction microagrégée (< 0.84 mm) en fonction de la densité apparente (D_b). L'existence d'une telle relation rendra plus aisée l'analyse spatiale des changements de structures qui sont susceptibles de se produire lors d'un changement de l'utilisation du sol. Cependant, nous avons remarqué que la densité apparente n'était pas systématiquement plus élevée sous pâturage que sous Cerradão contrairement à ce qui a été démontré lors d'études antérieures (Balbino, 2001).

CONCLUSIONS GÉNÉRALES

Les Ferralsols qui font l'objet de ce travail de thèse, couvrent de très grandes surfaces au Brésil. Leur récente mise en culture suscite encore de nombreuses interrogations en ce qui concerne l'évolution que leurs propriétés sont susceptibles d'enregistrer après un tel changement d'usage. Dans ce contexte général, cette étude visait les deux objectifs successifs suivants : i) contribuer à une meilleure connaissance des Ferralsols et ce, surtout en ce qui concerne leur composition et leur état structural, puis ii) sur la base de ces acquis, envisager l'incidence que ce changement d'usage est susceptible d'avoir sur les propriétés de ces sols .

La démarche que nous avons mise en œuvre a largement privilégié l'analyse de la microagrégation ainsi que celle des constituants organiques. Nous pensons effectivement avoir recueilli des éléments nouveaux sur ces deux points, mais aussi, par ce biais, avoir apporté un éclairage nouveau sur l'étude des conséquences d'une mise en culture.

1- Etat structural et développement de la microagrégation

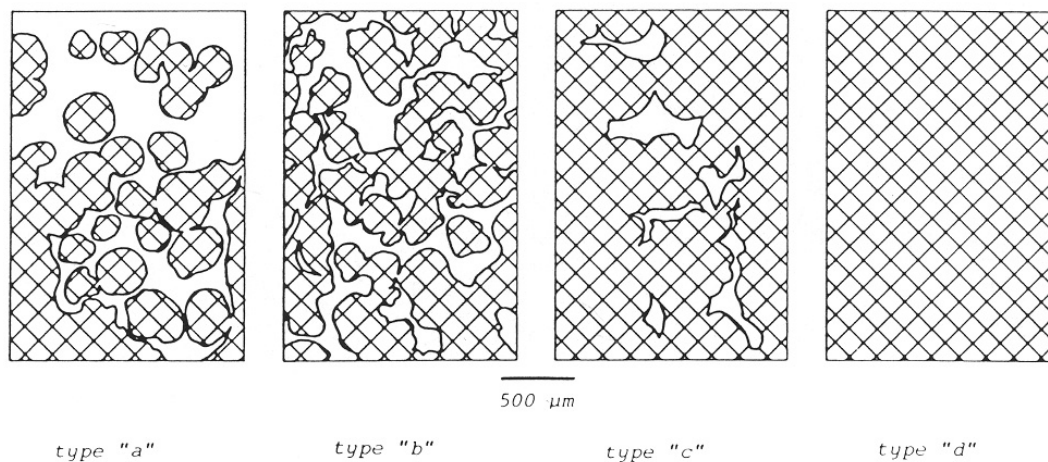
Les résultats acquis dans cette étude confirment la nécessité de caractériser l'état microagrégé des Ferralsols pour décrire correctement leur structure. En effet, les approches morphologiques plus directes habituellement utilisées pour décrire la structure des sols n'ont pu être utilisées pour les sols étudiés, tant leur macrostructure est peu développée et même absente. L'analyse morphologique à différentes échelles a permis de mettre en évidence l'existence de plusieurs types de microagrégats et de plusieurs types d'assemblages de ces microagrégats. Grâce à des observations directes réalisées à l'aide d'un microscope électronique à balayage environnemental, nous avons pu montrer que ces microagrégats se comportaient comme des édifices rigides lors des phases de dessiccation. Ce constat apporte un élément d'explication en ce qui concerne le très faible développement de la macrostructure, c'est-à-dire, par exemple, l'absence de structure polyédrique ou prismatique, et ce, malgré la teneur en argile élevée de ces sols. En effet, l'absence très vraisemblable de variation de volume des microagrégats lors de la phase d'humectation-dessiccation est à elle seule une explication suffisante au très faible développement de la macrostructure.

2- Origine des microagrégats

La question de l'origine des microagrégats, ou plus précisément de leur mode de formation, reste posée, mais plusieurs de nos observations confrontées aux données de la littérature permettent d'envisager une origine biologique. En effet, nous avons pu remarquer que les microagrégats de type B (microagrégats arrondis de taille homogène) étaient présents en

quantités plus abondantes dans les horizons superficiels (A et AB) qu'en profondeur (**figure 55**). C'est dans ces horizons que les insectes sociaux, fourmis et surtout termites, déploient l'essentiel de leur activité. Effectivement, nous avons noté une forte densité de termitières en surface des sols étudiés, mais aussi en profondeur, et notamment entre 0 et 60 cm (cf. **annexe 1**). On peut donc envisager que les termites puissent ainsi être à l'origine des microstructures discutées. A l'appui de cette hypothèse on peut citer des observations effectuées par Eschenbrenner (1986), à l'issue d'une étude sur l'activité des termites dans des sols tropicaux africains. En effet, dans la plupart des termitières qu'il a étudiées, cet auteur a noté l'existence de "boulettes" termitiques qui présentent des caractéristiques (composition minéralogique, taille, forme, microstructures et mode d'assemblage), très semblables à celles des microagrégats des Ferralsols. Dans les murailles d'une termitière de *Sphaeroterme*s, il a aussi distingué différents modes d'assemblage de ces boulettes selon une compacité croissante (**Figure 63**). Ces observations présentent de grandes analogies avec celles que nous avons effectuées sur nos microagrégats de type B et leurs différents modes d'assemblage résumés ci-dessus.

La similitude entre les microagrégats des Ferralsols et ceux dus à l'activité des termites (Corrêa, 1989), ainsi que l'absence de gradient de composition chimique entre la périphérie et le cœur des microagrégats (Melo Marques, 2000), constituent des indices supplémentaires en faveur d'une origine biologique des microagrégats.



Type « a » : Boulettes termitiques juxtaposées, localement soudées, pores d'entassement complexe très abondants. *Free and welded termite pellets ; very abundant compound packing voids.*
 Type « b » : Boulettes termitiques soudées, partiellement coalescentes ; nombreuses cavités mamelonnées, fortement interconnectées. *Strongly welded termite pellets ; abundant strongly interconnected mamillated metavughs.*
 Type « c » : Les boulettes élémentaires s'estompent ; la présence de quelques cavités mamelonnées rappelle leur existence antérieure. *Elementary termite pellets disappear ; some mamillated metavughs.*
 Type « d » : La coalescence est complète ; il ne subsiste plus de cavités. *Non-vughy dense groundmass.*

Figure 63 : Types d'assemblage des boulettes termitiques (muraille de la termitière de *Sphaeroterme*s) selon Eschenbrenner (1986).

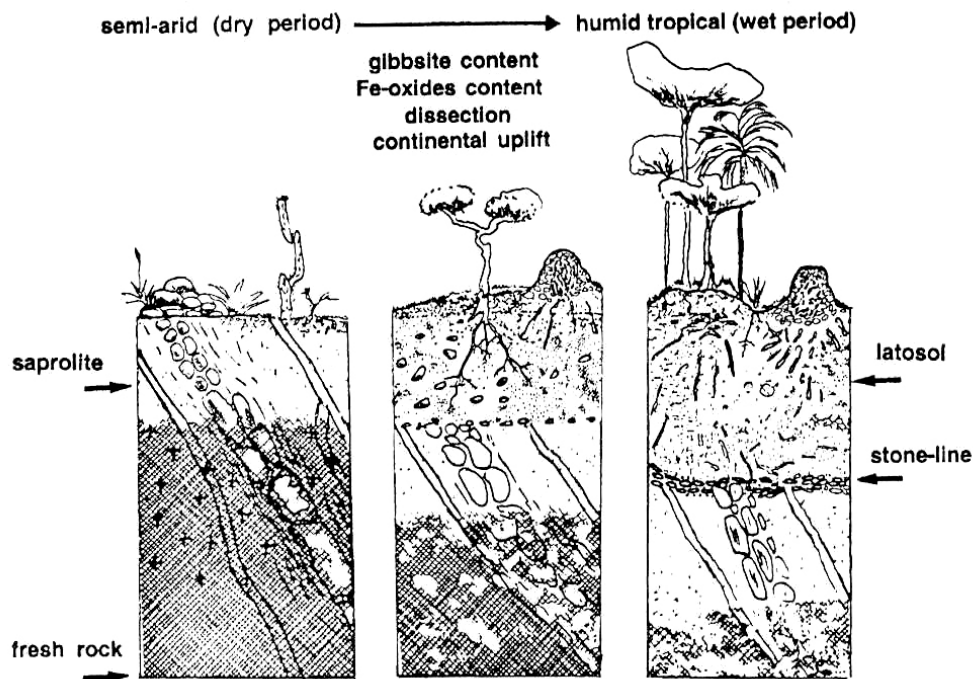


Figure 64 : Modèle proposé pour l'évolution du paysage durant un cycle théorique fonctionnant depuis le Crétacé supérieur, selon Schaefer (2001).

L'hypothèse selon laquelle l'activité des termites jouerait un rôle dans la formation des Ferralsols n'est pas totalement nouvelle puisqu'elle a effectivement déjà été évoquée dans diverses études antérieures (e.g. Erhart, 1951 ; Sys, 1955 ; Boyer, 1973 ; Trapnell et Webster, 1986 ; Corrêa, 1989). Cependant, mis à part quelques observations préliminaires par certains de ces auteurs, seuls quelques uns envisagent une possible relation génétique entre la microstructure des Ferralsols et celle des constructions d'origine termitiques. Plus récemment Jungerius et al. (1999), Nunes et al. (2000), Oliveira et al. (2000) et Decaën et al. (2001) ont montré l'importance du rôle des termites dans le développement de structures microgranulaires. Par ailleurs, Schaefer (2001) a proposé un modèle de genèse des Ferralsols basé sur l'existence d'une relation étroite entre la prolifération des angiospermes, la néotectonique et l'apparition à la fois des termites et des Ferralsols eux mêmes, dans les pays tropicaux, à la fin du Crétacé. Selon cette étude qui est principalement basée sur des données bibliographiques, la nature de la roche-mère ainsi que la composition granulométrique et minéralogique n'interviendraient que de façon indirecte dans le processus de microagrégation. Le mode de formation des Ferralsols imaginé par Schaefer (2001), est illustré dans la **figure 64**. Il est bien connu que les conditions climatiques et géologiques influencent le type de végétation et l'intensité de l'activité de la faune. D'après Schaefer (2001), l'activité de la

faune, et plus particulièrement celle des termites, serait à l'origine de la formation des Ferralsols par accumulations successives du matériel microagrégé formé par ces insectes à la surface de la saprolithe (**Figure 64**). Ainsi, les Ferralsols résulteraient, du moins en grande partie, d'une activité intense, mais surtout de longue durée, des termites¹.

Si, conformément à la discussion précédente, l'on admet que les microagrégats arrondis sont d'origine biologique, il reste à expliquer l'origine des microagrégats sub-anguleux à sub-arrondis de taille très variable. A titre de première hypothèse, on pourrait envisager que de tels microagrégats résulteraient de l'activité fouisseuse d'insectes comme les termites et les fourmis. Leur morphologie sub-anguleuse résulterait alors d'un processus d'ameublissement réalisé par ces insectes préalablement au déplacement du matériau.

D'autres résultats non encore évoqués sont aussi en faveur d'une origine biologique des microagrégats. L'analyse de la phase minérale des Ferralsols étudiés, notamment par microscopie électronique à transmission, a révélé, la présence possible de minéraux argileux de type 2:1. La présence de ces derniers pourrait s'expliquer grâce à l'activité fouisseuse des termites qui sont susceptibles d'aller prélever des matériaux argileux à plusieurs mètres ou dizaines de mètres de profondeur dans les altérites où des minéraux 2:1 sont encore présents (Tardy, 1992 ; Thiry et al., 1995). Ces matériaux argileux sont aisément observable sur le terrain : ils comblent fréquemment des galeries verticales de termites et présentent une couleur beaucoup plus claire que celle des horizons A et B.

L'origine biologique supposée des microagrégats pourrait peut être aussi contribuer à expliquer l'effet de matrice minérale envisagé lors de l'analyse des composés organiques par la pyrolyse Rock-Eval. En effet, dans tous les profils étudiés, une notable élévation de la température du signal S2 (TpS2) s'observe entre 40 et 60 cm de profondeur (**Figure 65**). Ce changement est indéniablement dû au passage progressif de la prédominance des composantes labiles (P1 à P4) du signal S2, à celle des composantes réfractaires (P5 et P6). Ce changement de prédominance est traduit beaucoup plus brutalement par l'évolution du TpS2 avec la profondeur qu'il ne l'est en vérité. Or, cette transition semble aussi accompagner un changement notable de la structure du sol. En effet, lorsque l'on considère la proportion de la fraction de sol microagrégée ($< 0,84$ mm) en fonction de la profondeur, on s'aperçoit que cette fraction augmente assez brutalement entre 40 et 60 cm de profondeur (**cf. chapitre V et**

¹ Tous les groupes de termites connus et vivants actuellement, existaient déjà à l'Eocène et Paléocène (Grassé, 1984).

Figure 65). La diminution conjointe des composantes labiles du pic S2 implique aussi une limite d'intégration et de renouvellement du matériel végétal "frais" qui s'accorde *a priori* bien avec le changement de structure observé. En profondeur, au-delà de cette limite, la prédominance des composantes de haute température P5 et P6 suggère aussi bien une association particulière de la MO avec la matrice minérale qui serait responsable de l'effet de matrice minérale précédemment invoqué. L'existence de cette association et de sa liaison avec la structure du sol pourrait alors peut être impliquer un mode de formation particulier, d'origine conjecturale et qui n'est vraisemblablement pas si aisé à reproduire par simple mélange de constituants organiques et minéraux. Le rôle majeur que les termites jouent dans ce type d'environnement, nous amène, à titre de simple hypothèse, à concevoir que le type d'association organo-minérale envisagé puisse éventuellement être réalisé par ces insectes.

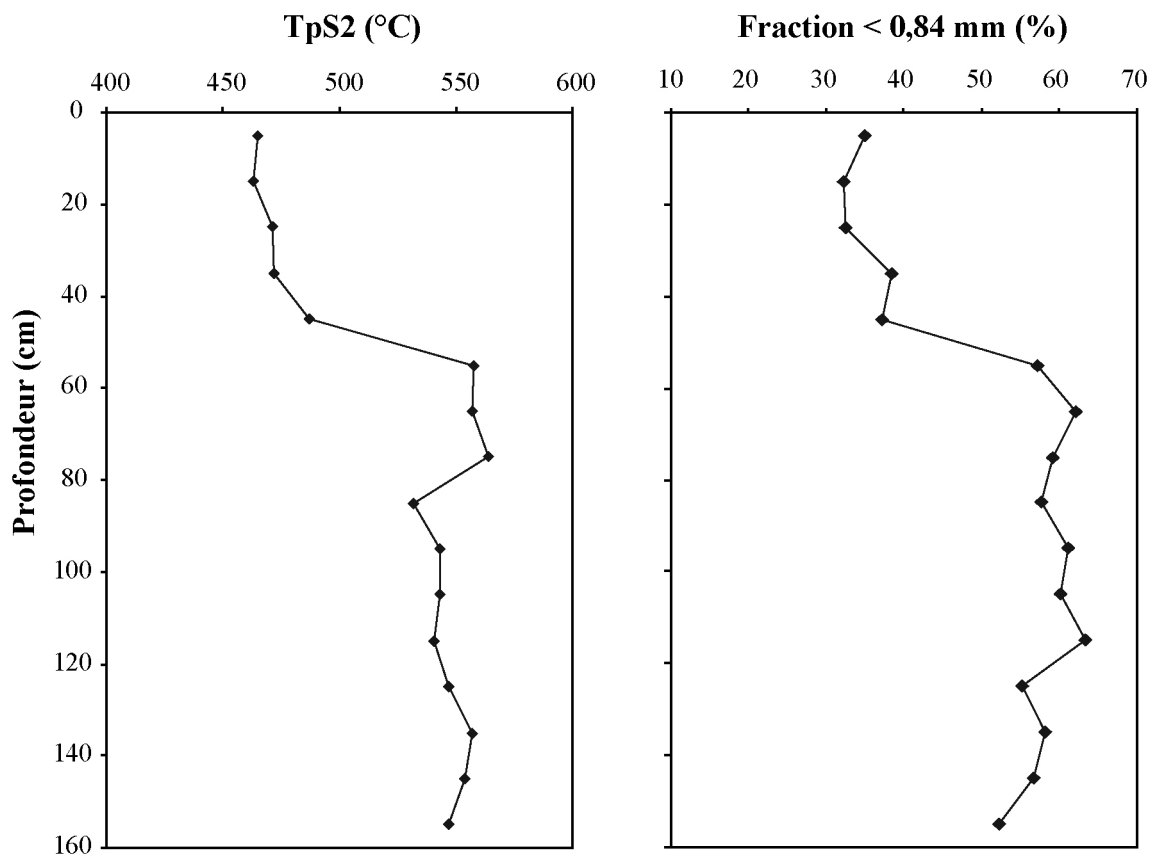


Figure 65 : Comparaison de la courbe des TpS2 en fonction de la température avec la courbe des macro-agrégats (fraction > 0.84 mm) en fonction de la profondeur pour le profil CER 1.

3- Evolution des sols après mise en culture

La présente étude avait aussi pour objectif de tenter de préciser la nature des évolutions induites par la mise en culture. Au total, nous avons vu qu'à la différence de ce qui avait été montré antérieurement dans un nombre restreint de situations (Balbino, 2001), aucune évolution après mise en culture n'avait pu être mise en évidence tant en ce qui concerne le statut organique des sols étudiés que leur état structural. La gamme de variation des paramètres étudiés, entre les situations "végétation naturelle" et "pâturage" est en effet plus faible qu'entre les différents sols étudiés représentatifs des situations "végétation naturelle" et "pâturage". Les différences enregistrées apparaissent donc être indépendantes du mode d'usage du sol. La relation établie entre le degré de développement de la microagrégation et la densité apparente peut s'appliquer, que le sol soit encore sous végétation naturelle ou sous pâturage. Même s'il est nécessaire de vérifier la validité de cette relation pour d'autres Ferralsols et d'autres usages du sol (en particulier des usages agricoles plus intensifs, sur des périodes de temps plus longues), il n'en reste pas moins que nous disposons là d'un outil qui devrait faciliter l'étude des variations d'état structural dans les Ferralsols.

Si les microagrégats ont pour origine l'activité d'insectes sociaux tels que les termites et les fourmis, il est vraisemblable que la disparition des microagrégats au profit de l'apparition d'états structuraux macroscopiques, comme cela a été observé pour le profil PAT 1, soit elle aussi en relation avec l'activité de ces insectes. En effet, sans cela comment expliquer l'apparition de tels états structuraux à des profondeurs non affectées par le travail du sol lors de la mise en culture? L'évolution des sols serait alors la conséquence d'une variation de l'activité des insectes sociaux. Ce domaine reste largement ouvert à l'exploration, tant les données les plus élémentaires sont absentes.

4- Pertinence de l'approche adoptée

Les résultats obtenus nous incitent aussi à rediscuter la démarche analytique mise en oeuvre. Ainsi, lorsque l'on compare des situations variant par l'usage du sol, on considère implicitement que ces sols sont composés d'horizons dont les caractéristiques peuvent être aisément décrites et/ou mesurées. On considère aussi que ces caractéristiques ne varient pas ou peu, latéralement et sous végétation naturelle, pour un horizon donné, au sein d'un site d'étude. De la sorte, lorsque l'usage du sol varie, on considère que cette variation va induire une évolution d'un certain nombre de caractéristiques des horizons considérés et qu'il sera

ensuite aisé de décrire cette évolution en comparant chaque sol dont l'usage a été modifié, à une situation de référence que constitue par exemple le sol sous végétation naturelle. Or, selon cette étude, il apparaît comme très peu probable qu'un tel schéma conceptuel soit pertinent. En effet, non seulement les gradients de structure verticaux sont très faibles, mais il est probable qu'une très grande gamme de variation de l'état structural puisse exister verticalement et horizontalement, en relation avec la localisation des colonies d'insectes sociaux et leur dynamique de développement dans le temps. Ces différents facteurs expliqueraient ainsi une plus grande variabilité entre sites correspondant à un même type d'usage du sol qu'entre sols d'usage différent.

L'étude d'une éventuelle évolution de l'état structural après mise en culture nécessiterait alors que soit connue la variabilité latérale et verticale de l'état structural sous végétation naturelle. C'est ensuite une éventuelle évolution de cette variabilité latérale et verticale qu'il serait nécessaire de rechercher lorsque le sol a été mis en culture. L'approche consistant à étudier les formes pédologiques d'un sol donné est sans aucun doute nécessaire lors d'une première étape. Elle n'apparaît cependant guère opérationnelle pour discuter de l'éventuelle évolution de l'état structural après mise en culture. Il serait sans doute préférable de procéder à de très nombreuses mesures ponctuelles. Dans cette voie, la mesure de densité apparente et son utilisation comme estimateur de l'état microagréé constituent sans doute une approche raisonnable. La mise en œuvre de méthodes géophysiques devrait sans doute aussi permettre de compléter l'approche analytique par mesures ponctuelles.

Bibliographie

A

Adámoli, J., Macedo, J., Madeira Neto, J., (1985). Caracterização da região dos Cerrados. In: W. J. Goedert (Editor), Solos dos Cerrados: tecnologias e estratégias de manejo. Nobel et EMBRAPA-CPAC, São Paulo, SP, Brésil, pp. 33-74.

Alexander, E. B. (1980) Bulk densities of California soils in relation to other soil properties. Soil Science Society of America Journal 44: 689-692.

Andreux, F., (1996). Humus in world soils. In: The Role and Action of Humic Substances in Terrestrial Ecosystems. A. Piccolo (Editor), Elsevier Sci. Publ. Chapter 2, pp. 45-100.

B

Baize, D., (2004). Petit lexique de pédologie. INRA, Paris, 271 pp.

Balbino, L. C., (2001). Evolution de la Structure et des Propriétés Hydrauliques dans des Ferralsols Mis en Prairie Pâturée (Cerrado, Brésil). Thèse, Institut National Agronomique, Paris-Grignon (France), 128 pp.

Balbino, L. C., Brossard, M., Leprun, J.-C., Bruand, A. (2002a) Mise en valeur des Ferralsols de la région du Cerrado (Brésil) et évolution de leurs propriétés physiques : une étude bibliographique. Etude et Gestion des Sols 9: 83-104.

Balbino, L. C., Bruand, A., Brossard, M., Grimaldi, M., Hajnos, M., Guimarães, M. d. F. (2002b) Changes in porosity and microaggregation in clayey Ferralsols of Brazilian Cerrado on clearing for pasture. European Journal of Soil Science 53: 219-230.

Balbino, L. C., Bruand, A., Brossard, M., Guimarães, M. F. (2001) Comportement de la phase argileuse lors de la dessiccation dans les ferralsols microagrégés du Brésil : rôle de la microstructure et de la matière organique. Comptes Rendus de l'Académie des Sciences 332: 673-680.

Balbino, L. C., Bruand, A., Cousin, I., Brossard, M., Quetin, P., Grimaldi, M. (2004) Change in the hydraulic properties of a Brazilian clay Ferralsol on clearing for pasture. Geoderma 120 (3-4): 297-307.

Balesdent, J., Guillet, B. (1982) Les datations par le ^{14}C des matières organiques des sols. Contribution à l'étude de l'humification et du renouvellement des substances humiques. Science du Sol 2: 93-112.

Bartoli, F., Burtin, G., Guérif, J. (1992) Influence of organic matter on aggregation in Oxisols rich in gibbsite or in goethite. II. Clay dispersion, aggregate strength and water-stability. Geoderma 54: 259-274.

Baver, L. D., Gardner, W. H., Gardner, W. R., (1972). Soil Physics. John Wiley & Sons, New York, 492 pp.

Benito, N. P., Brossard, M., Bobillier, B., Pasini, A., Guimarães, M. d. F. (2005) Short-term transformations of soil macroinvertebrate populations after pasture cultivation in the Brazilian Cerrado. *European Journal of Soil Biology*, soumis.

Bernoux, M., Arrouays, D., Cerri, C., Volkoff, B., Jolivet, C. (1998) Bulk densities of Brazilian Amazon soils related to other soil properties. *Soil Science Society of America Journal* 62: 743-749.

Blancaneaux, P., De Freitas, P. L., Amabile, R. F., De Carvalho, A. (1993) Les semis directs comme pratique de conservation des sols des cerrados du Brésil central. *Cahiers de l'ORSTOM, série Pédologie* 28: 253-275.

Bobillier, B. (1999) Premier inventaire de la macrofaune d'invertébrés du sol sous pâturages de faible productivité du Cerrado (Centre-ouest du Brésil). In: mémoire DESS, Paris (France), p 59.

Bodineau, G., Volland, N., Cousin, I., Disnar, J. R., Balbino, L. C., Brossard, M., Bruand, A. (2002) Dynamique de la structure et caractéristiques des constituants organiques dans les Ferralsols de la région du Cerrado (Brésil). In: P. Launeau, J. Girardeau, A. Cossard (eds) Réunion des Sciences de la Terre, Nantes (France).

Borges, E. N., Lombardi Neto, F., Correa, G. F., Borges, E. V. S. (1999) Alterações físicas introduzidas por diferentes níveis de compactação em Latossolo Vermelho-escuro textura média. *Pesq. agropec. bras.* 34(9): 1663-1667.

Boyer, P. (1973) Action de certains termites constructeurs sur l'évolution des sols tropicaux. I : les termites et le sol. *Ann. Sci. Nat. Zool.* 15: 329-498.

Braudeau, E. (1982) Fractionnement physique du sol. Méthode de séparation et étude du comportement d'agrégats de 0,050 à 2 mm. *Cahier de l'ORSTOM, série Pédologie* 19 (4): 353-367.

Braudeau, E., Bruand, A. (1993) Détermination de la courbe de retrait de la phase argileuse à partir de la courbe de retrait établie sur échantillons de sol non remanié. Application à une séquence de sols de Côte-d'Ivoire. *Comptes Rendus de l'Académie des Sciences* 316: 685-692.

Braudeau, E., Costantini, J. M., Bellier, G., Colleuille, H. (1999) New Device and Method for Soil Shrinkage Curve Measurement and Characterization. *Soil Science Society of America Journal* 63: 525-535.

Brewer, R., (1964). Fabric and Mineral Analysis of soils. John Wiley & Sons, New York, 470 pp.

Brossard, M., Lopes Assad, M. L., Chapuis Lardy, L., Barcellos, A. O., (1997). Estoques de carbono em solos sob diferentes fitofisionomias de Cerrados. In: L. L. Leite, C. H.

Saito (Editors), Contribuição ao conhecimento ecológico do Cerrado. Trabalhos seleccionados do 3º Congresso de Ecologia do Brasil, Universidade de Brasília, Dep. Ecologia, pp. 272-277.

Brown, G. G., Moreno, A. G., Barois, I., Fragoso, C., Rojas, P., Hernandez, B., Patron, J. C. (2004) Soil macrofauna in SE Mexican pastures and the effect of conversion from native to introduced pastures. *Agriculture, Ecosystems & Environment* 103 (2): 313-327.

Bruand, A., Cousin, I., Nicoullaud, B., Duval, O., Begon, J. C. (1996) Backscattered electron scanning images of soil porosity for analyzing soil compaction around roots. *Soil Science Society of America Journal* 60: 895-901.

C

C.P.C.S., (1967). *Classification des sols*, Grignon, 96 pp.

Calhoun, F. G., Smeck, N. E., Slater, B. L., Bigham, J. M., Hall, G. F. (2001) Predicting bulk density of Ohio Soils from Morphology, Genetic Principles, and Laboratory Characterization Data. *Soil Science Society of America Journal* 65: 811-819.

Calvet, R., (2003). *Le sol. Propriétés et fonctions*, Tome 1- Constitution, structure, phénomènes aux interfaces. Editions France Agricole, Paris, 456 pp.

Camargo, M. N., Kimble, J. M., Beinroth, F. H., (1988). Classification, characterization and utilization of Oxisols, Proceeding of the eight international soil classification workshop, Rio de Janeiro, Brazil, 12 to 23 May 1986. Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária, Rio de Janeiro-RJ.

Camargo, O. A., Moniz, A. C., Jorge, J. A., Valadares, J. M. A. S., (1986). Métodos de análise química, mineralógica e física de solos do Instituto Agronômico de Campinas. B. Técn. Inst. Agron., 106, Campinas, 94 pp.

Chapuis Lardy, L., (1997). Réserves et formes du phosphore de sols ferrallitiques sous végétation naturelle de cerrados et sous pâturages (Brésil). Stabilité du phosphore organique. Thèse, Université Paris VI, France, 175 pp.

Chauvel, A., Pedro, G. (1978) Sur l'importance de l'extrême dessiccation des sols (ultra-dessiccation) dans l'évolution pédologique des zones tropicales à saisons contrastées. *Comptes Rendus de l'Académie des Sciences t.286 (Note série D)*: 1581-1584.

Ciesielski, H., Sterckeman, T. (1997) Determination of cation exchange capacity and exchangeable cations in soils by means of cobalt hexamine trichloride. Effects of experimental conditions. *Agronomie* 17: 1-7.

Copard, Y., Disnar, J. R., Becq-Giraudon, J. F. (2002) Erroneous maturity assessment given by Tmax and HI Rock-Eval parameters on highly mature weathered coals. *International Journal of Coal Geology* 49 (1): 57-65.

Correa, G. F., (1989). Les microreliefs "murundus" et leur environnement pédologique dans l'ouest du Minas Gerais, région du Plateau Central brésilien. Thèse, Université Nancy I, France, 144 pp.

Curmi, P., Kertzman, F. F., Queiroz Neto, J. P. (1992) Degradation of Structure and hydraulic properties in an Oxisol under cultivation (Brazil). In: A. J. Ringrose-Voase, G. S. Humphreys eds) Proceedings of the IX International Working Meeting on Soil Micromorphology, Development in Soil Science. International Society of Soil Science, Townsville, Australia, pp 569-579.

D

De Brito Galvão, T. C., Schulze, D. G. (1996) Mineralogical properties of a collapsible lateritic soil from Minas Gerais, Brazil. Soil Science Society of America Journal 60: 1969–1978.

Decaëns, T., Galvis, J. H., Amézquita, E. (2001) Propriétés des structures produites par les ingénieurs écologiques à la surface du sol d'une savane colombienne. Comptes Rendus de l'Académie des Sciences 324: 465-478.

D'el-Rey Silva, L. J. H., Barros Neto, L. S. (2002) The Santa Terezinha-Campos Verdes emerald district, central Brazil: structural and Sm-Nd data to constrain the tectonic evolution of Neoproterozoic Brasília belt. Journal of South American Earth Sciences 15: 693-708.

Desjardins, T., Andreux, F., Volkoff, B., Cerri, C. C. (1994) Organic carbon and ¹³C contents in soils and soil size-fractions, and their changes due to deforestation and pasture installation in eastern Amazonia. Geoderma 61: 103-118.

Desjardins, T., Barros, E., Sarrazin, M., Girardin, C., Mariotti, A. (2004) Effects of forest conversion to pasture on soil carbon content and dynamics in Brazilian Amazonia. Agriculture, Ecosystems & Environment 103 (2): 365-373.

Dias, V. S., Brossard, M., Lopes Assad, M. L. (1997). Macrofauna edáfica invertebrada em áreas de vegetação nativa da Cerrados. In Contribuição ao conhecimento ecológico do Cerrado, Ed. L.L. Leite & C.H. Saito. Trabalhos selecionados do 3º Congresso de Ecologia do Brasil. Univ. de Brasília, Dept. Ecologia, 168-173.

Di-Giovanni, C., Disnar, J.-R., Bichet, V., Campy, M. (1998) Sur la présence de matières organiques méso-cénozoïques dans des humus actuels (bassin de Chaillexon, Doubs, France). Comptes Rendus de l'Académie des Sciences 326: 553-559.

Dion, P., (1994). Déshydroxylation de la Kaolinite par Analyse Thermique à Vitesse de Transformation Contrôlée. Etude de la Métakaolinite., UFR Sciences Fondamentales et Appliquées, Orléans, 118 pp.

Disnar, J.-R., Guillet, B., Keravis, D., Di-Giovanni, C., Sebag, D. (2003) Soil organic matter (SOM) characterization by Rock-Eval pyrolysis: scope and limitations. Organic Geochemistry 34: 327-343.

Disnar, J. R., Trichet, J. (1984) The influence of various divalent cations (UO_2^{2+} , Cu^{2+} , Pb^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+} , Zn^{2+} , Mn^{2+}) on thermally induced evolution of organic matter isolated from an algal mat. *Organic Geochemistry* 6: 865–874.

Dixon, J. B., (1977). Kaolinite and Serpentine Group Minerals. In: J. B. Dixon, S. B. Weed (Editors), *Minerals in Soil Environments*. Soil Science Society of America, Madison, Wisconsin USA, pp. 357-403.

Domingos, D. J., Cavenaghi, T. M., Gontijo, T. A., Drumond, M. A., De Carvalho, R. C., (1986). Composição em espécies, densidade e aspectos biológicos da fauna de térmitas de Cerrado em Sete Lagoas-MG., Departamento de Biologia Geral, Instituto de Ciências Biológicas, UFMG.

Driessen, P., Deckers, J., Spaargaren, O. C., Nachtergaele, F. O., (2001). Ferralsols (FR), *World Soil Resources Reports - Lecture notes on the major soils of the World*. Food and Agriculture Organization of the United Nations (FAO), Rome, pp. 155-161.

Duchaufour, P., (1977). *Pédologie. 1-Pédogenèse et Classification*, 1. Masson, Paris, New York, Barcelone, Milan, Mexico, São Paulo, 477 pp.

Duchaufour, P., (2001). *Introduction à la science du sol. Sol, végétation, environnement. Abrégés*. Dunod, Paris, 331 pp.

Dunn, R. R. (2004) Managing the tropical landscape: a comparison of the effects of logging and forest conversion to agriculture on ants, birds, and lepidoptera. *Forest Ecology and Management* 191 (1-3): 215-224.

E

Eiten, G. (1978) Delimitation of the cerrado concept. *Vegetatio* 36: 169-178.

EMBRAPA, (1999). Centro Nacional de Pesquisa de solos (Rio de Janeiro, RJ). Sistema brasileiro de classificação de solos. EMBRAPA Produção de Informação, EMBRAPA Solos, Brasília, DF, 412 pp.

EMBRAPA/SNLCS, (1981). Mapa do solos do Brasil 1 : 5 000 000. Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária/Serviço Nacional de Levantamento e Conservação de Solos, Rio de Janeiro, Brésil.

Erhart, H. (1951) Sur le rôle des cuirasses termitiques dans la géographie des régions tropicales. *Cahiers Recherche Académie Scientifique Paris* 233: 966-968.

Eschenbrenner, V. (1986) Contribution des termites à la microagrégation des sols tropicaux. *Cahiers de l'ORSTOM, série Pédologie* 22, 4: 397-408.

Eschenbrenner, V., (1987). Les glébules des sols de Côte d'Ivoire. Nature et origine en milieu ferrallitique. Modalité de leur concentration. Rôle des termites. Thèse, Université de Dijon, France, 498 pp.

Espitalié, J., Senga Makadi, K., Trichet, J. (1984) Role of the mineral matrix during kerogen pyrolysis. *Organic Geochemistry* 6: 365–382.

F

Fageria, N. K., Baligar, V. C., Wright, R. J. (1989) The effects of aluminum on growth and uptake of Al and P by rice. *Pesq. agropec. bras.* 24: 677-682.

FAO/UNESCO, (1974). Soil map of the World. 1:5 000 000. FAO/UNESCO, Paris, 59 pp.

Feller, C. (1979) Une méthode de fractionnement granulométrique de la matière organique des sols. Application aux sols tropicaux, à textures grossières, très pauvres en humus. *Cahier de l'ORSTOM, série Pédologie* 17 (4): 339-346.

Feller, C., Casabianca, H., Cerri, C. C. (1991a) Renouvellement du carbone des fractions granulométriques d'un sol ferrallitique forestier (Brésil) mis en culture de canne à sucre. Etude par le ^{13}C en abondance naturelle. *Cahiers de l'ORSTOM, série Pédologie* 26: 365-369.

Feller, C., François, C., Villemin, G., Portal, J.-M., Toutain, F., Morel, J.-L. (1991b) Nature des matières organiques associées aux fractions argileuses d'un sol ferrallitique. *Comptes Rendus de l'Académie des Sciences* 312, Série II: 1491-1497.

FitzPatrick, E. A., (1984). *Micromorphology of Soils*. Chapman & Hall, London, 433 pp.

Freitas, P. L., Blancaneaux, P., Moreau, R. (1998) Caractérisation structurale de sols des Cerrados Brésiliens (Savanes) sous différents modes d'utilisation. *Etude et Gestion des Sols* 5 (2): 93-105.

Freitas-Silva, F. H., Campos, J. E. G., (1998). *Geologia do Distrito Federal*. In: IEMA/SEMATEC/UnB (Editor), *Inventário Hidrogeológico e dos Recursos Hídricos Superficiais do Distrito Federal*. IEMA/SEMATEC/UnB., Brasília.

Fuck, R. A., Pimentel, M. M., D'el-Rey Silva, L. J. H. (1994) Compartimentação Tectônica na Porção Oriental da Província Tocantins. In: B. R. Expandidos (ed) XXXVIII Congresso Brasileiro de Geologia, vol 1., Camboriú, SBG, p 215–217.

Furian, S., Barbiéro, L., Boulet, R. (1999) Organisation of the soil mantle in tropical southeastern Brazil (Serra do Mar) in relation to landslides processes. *Catena* 38: 65-83.

G

Glossaire de Pédologie, (1969). Description des Horizons en Vue du Traitement Informatique. ORSTOM, Paris, 82 pp.

Gobat, J.-M., Aragno, M., Matthey, W., (2003). *Le Sol Vivant*. Collection Gérer l'Environnement, 14. Presses Polytechniques et Universitaires Romandes, Lausanne, 568 pp.

Gonçalves, C. N., Dalmolin, R. S. D., Dick, D. P., Knicker, H., Klamt, E., Kögel-Knabner, I. (2003) The effect of 10% HF treatment on the resolution of CPMAS ¹³C NMR spectra and on the quality of organic matter in Ferralsols. *Geoderma* 116 (3-4): 373-392.

Gontijo, T. A., Domingos, D. J. (1991) Guild distribution of some termites from cerrado vegetation in south-east Brazil. *Journal of Tropical Ecology* 7: 523-529.

Grassé, P.-P., (1984). *Termitologia*. Anatomie-Physiologie-Biologie-Systématique des termites, Tome II, Paris, 613 pp.

Guggenberger, G., Zech, W., Thomas, R. J. (1995) Lignin and carbohydrate alteration in particle-size separates of an oxisol under tropical pastures following native savanna. *Soil Biology Biochemistry* 27: 1629-1638.

H

Holtzapffel, T. (1985) Les minéraux argileux. Préparation. Analyse diffractométrique et détermination. *Société Géologique du Nord* 12: 136.

Huang, Y., Eglinton, G., Van Der Hage, E. R. E., Boon, J. J., Bol, R., Ineson, P. (1998) Dissolved organic matter and its parent organic matter in grass upland soil horizons studied by analytical pyrolysis techniques. *European Journal of Soil Science* 49: 1–15.

Hudson, N. W., (1975). *Field engineering for agricultural development.*, Oxford, Royaume-Uni, 225 pp.

ISSS Working Group RB, (1998). *World Reference Base for Soil Resources: Introduction* (J.A. Deckers, F.O. Nachtergaele, O.C. Spaargaren, Eds.) First Edition. International Society of Soil Science (ISSS), International Soil Reference and Information Centre (ISRIC) and Food and Agriculture Organization of the United Nations (FAO). Acco, Leuven, 165 pp.

J

Jacob, J., (2003). *Enregistrement des variations palioenvironnementales depuis 20000 ans dans le Nord-Est du Brésil (Lac Cago) par les triterpènes et autres marqueurs organiques*. Thèse, Université d'Orléans, France, 291 pp.

Jungerius, P. D., Van den Ancker, J. A. M., Mùcher, H. J. (1999) The contribution of termites to the microgranular structure of soil on the Uasin Gishu Plateau, Kenya. *Catena* 34: 349-363.

K

Keravis, D., Muller, F., Drouet, G., Ducret, J.-M. (2003) Mise en évidence par différentes méthodes de carbone réfractaire dans des argiles purifiées. Existe t-il un lien entre les profils de dioxyde de carbone libéré par pyrolyse Rock-Eval et la minéralogie des argiles ? In: 2ème Congrès Français des Argiles, Orléans.

Klamt, E., Van Reeuwijk, L. P. (2000) Evaluation of morphological, physical and chemical characteristics of ferralsols and related soil. *R. Bras. Ci. Solo* 24: 573-587.

Kondo, M. K., Dias Junior, M. S. (1999) Efeito do manejo e da umidade no comportamento compressivo de três latossolos. *Revista Brasileira de Ciência do Solo* 23: 497-506.

Köppen, W. P., (1931). *Grundriss der Klimakunde*. Walter de Gruyter, Berlin.

Koutika, L.-S., Bartoli, F., Andreux, F., Cerri, C. C., Burtin, G., Choné, T., Philippy, R. (1997) Organic matter dynamics and aggregation in soils under rain forest and pastures of increasing age in the eastern Amazon Basin. *Geoderma* 76: 87-112.

Kubiena, M. L. (1950) Zur micromorphologie der braunen and roten tropenboden. In: *Transactions of the 4th International Congress of Soil Science*, vol 1., Amsterdam, pp 304-307.

L

Lafargue, E., Espitalié, J., Marquis, F., Pillot, D. (1998) Rock-Eval 6 Applications in Hydrocarbon Exploration, Production and in Soil Contamination Studies. *Oil & Gas Science and Technology – Rev. IFP* 53 (4): 421-437.

Le Lay, C., (1997). *Fabrication des lames minces de sol*, INRA, Orléans.

Lehmann, J., Cravo, M. d. S., Zech, W. (2001) Organic matter stabilization in a xanthic ferralsol of the central Amazon as affected by single trees : chemical characterization of density, aggregate, and particle size fractions. *Geoderma* 99: 147-168.

Lilienfein, J., Wilcke, W., Ayarza, M. A., Lima, L., Vilela, L., Zech, W. (1999) Annual course of matric potential in differently used savannah Oxisols in Brazil. *Soil Science Society of America Journal* 63: 1778–1785.

Lima, J. M., Anderson, S. J. (1997) Aggregation and aggregate size effects on extractable iron and aluminium in two hapludoxs. *Soil Science Society of America Journal* 61: 965–970.

M

Maman, O., Marseille, F., Guillet, B., Disnar, J. R., Morin, P. (1996) Separation of phenolic aldehydes, ketones and acids from lignin degradation by capillary zone electrophoresis. *Journal of Chromatography A* 755 (1): 89-97.

Manichon, H., (1982). Influence des systèmes de culture sur le profil cultural : élaboration d'une méthode de diagnostic basée sur l'observation morphologique. Thèse, Institut National Agronomique, Paris-Grignon (France), 214 pp.

Manrique, L. A., Jones, C. A. (1991) Bulk density of soils in relation to soil physical and chemical properties. *Soil Science Society of America Journal* 55: 476-481.

Marchand, C., (2003). Origine et devenir de la matière organique des sédiments de mangrove de Guyane française. Thèse, Université d'Orléans, France, 272 pp.

Marini, O. J., Fuck, R. A., Dardenne, M. A., Danni, J. C. M., (1984). Província Tocantins, Setores Central e Sudeste. In: E. Blucher (Editor), de Almeida, F.F.M., Hasui, Y. O Precambriano do Brasil,, pp. 205-264.

McDonough, C. M., Rooney, L. W. (1999) Use of the environmental scanning electron microscope in the study of cereal-based foods. *Cereal Foods World* 44: 342-348.

Melo Marques, J., (2000). Trace elements distribution in Brazilian cerrado soils at the landscape and micrometer scales. PhD Thesis, Purdue University, West Lafayette (USA), 183 pp.

Monnier, G., Stengel, P., Fiès, J.-C. (1973) Une méthode de mesure de la densité apparente des petits agglomérats terreux. Application à l'analyse des systèmes de porosité du sol. *Annales agronomiques* 24 (5): 533-545.

Montes-Hernandez, G., Duplay, J., Martinez, L., Mendoza, C. (2003) Swelling-shrinkage kinetics of MX80 bentonite. *Applied Clay Science* 22: 279-293.

N

Neufeldt, H., (2001). Physical and Chemical Properties of Selected Oxisols in Brazilian *Cerrados*. In: R. Thomas, M. A. Ayarza (Editors), Sustainable Land Management for the Oxisols of the Latin American Savannas: Dynamics of Soil Organic Matter and Indicators of Quality. Centro Internacional de Agricultura Tropical, Cali, Colombia, pp. 37-50.

Neufeldt, H., Ayarza, M. A., Resck, D. V. S., Zech, W. (1999) Distribution of water-stable aggregates and aggregating agents in Cerrado Oxisols. *Geoderma* 93: 85-99.

Neufeldt, H., Zech, W., Thomas, R., (2001). Introduction: Sustainable Land Management for the Oxisols of the Brazilian *Cerrados*. In: R. Thomas, M. A. Ayarza (Editors), Sustainable Land Management for the Oxisols of the Latin American Savannas: Dynamics of Soil Organic Matter and Indicators of Quality. Centro Internacional de Agricultura Tropical, Cali, Colombia, pp. 1-9.

Neves, C. S. V. J., Feller, C., Guimaraes, M. F., Medina, C. C., Tavares Filho, J., Fortier, M. (2003) Soil bulk density and porosity of homogeneous morphological units identified by the Cropping Profile Method in clayey Oxisols in Brazil. *Soil and Tillage Research* 71 (2): 109-119.

Nunes, W. A. G. A., Schaefer, C. E. G. R., Ker, J. C., Fernandes Filho, E. I. (2000) Caracterização micropedológica de alguns solos da Zona da Mata Mineira. *R. Bras. Ci. Solo* 24: 103-115.

O

Oliveira, C. V., Ker, J. C., Duarte, M. N., Curi, N., Fontes, L. E. F. (2000) Atributos micromorfológico de solos do projeto Jaíba, Norte de Minas Gerais. *R. Bras. Ci. Solo* 24: 117-128.

P

Pédro, G., Chauvel, A., Melfi, A. J. (1976) Recherches sur la constitution et la genèse des *Terra Roxa Estruturada* du Brésil. *Annales agronomiques* 27 (3): 265-294.

Péguy, C. P. (1970). *Précis de climatologie*, Paris, 468 pp.

Prévost, M. (2004) Predicting Soil Properties from Organic Matter Content following Mechanical Site Preparation of Forest Soil. *Soil Science Society of America Journal* 68: 943-949.

R

Ratter, J. A., Dargie, T. C. D. (1992) An analysis of the floristic composition of 26 Cerrado areas in Brazil. *Edinburgh Journal of Botany* 49: 235-250.

Raw, A. (1996). Estimativa preliminar do número de térmitas nos cerrados. In: R. C. Pereira, L. C. Nasser (Editors), 8º Simposio sobre o Cerrado : biodiversidade e produção sustentável de alimentos e fibras nos Cerrados., Planaltina : EMBRAPA-CPAC, pp. 165-168.

Rawls, W. J. (1983) Estimating soil bulk density from particle size analysis and organic matter content. *Soil Science* 135: 123-125.

Rocha, I. R. D., Cavalcanti, R. B., Marinho Filho, J. S., Araújo, A. B., Kitayama, K. (1990). Fauna. In: M. N. Pinto (Editor), *Cerrado : caracterização, ocupação e perspectivas*, Brasília : UnB, pp. 405-431.

Roman-Gutierrez, A. D., Guilbert, S., Cuq, B. (2002) Description of Microstructural Changes in Wheat Flour and Flour Components during Hydration by using Environmental Scanning Electron Microscopy. *Lebensm.-Wiss. u.-Technol.* 35: 730-740.

Roscoe, R., Buurman, P., Velthorst, E. J., Vasconcellos, C. A. (2001) Soil organic matter dynamics in density and particle size fractions as revealed by the $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ isotopic ration in a Cerrado's oxisol. *Geoderma* 104: 185-202.

S

Sano, S. M., de Almeida, S. (1998). Cerrado: ambiente e flora. EMBRAPA, Planaltina, DF (Brésil), 556 pp.

Schaefer, C. E. R. (2001) Bazilian latosols and their B horizon microstructure as long-term biotic constructs. *Australian Journal of Soil Research* 39: 909-926.

Schmidt, M. W. I., Knicker, H., Hatcher, P. G., Kögel-Knabner, I. (1997) Improvement of ^{13}C and ^{15}N CPMAS NMR spectra of bulk soils, particles size fractions and organic material by treatment with 10% hydrofluoric acid. *European Journal of Soil Science* 48: 319-328.

Schulten, H.-R., Leinweber, P. (1996) Characterization of humic and soil particles by analytical pyrolysis and computer modeling. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis* 38: 1-53.

Sebag, D., Disnar, J. R., Guillet, B., Di-Giovanni, C., Verrecchia, E. P., Durand, A. (2005) Characterizing fraction of soil organic matter by Rock-Eval pyrolysis and the decomposition of the S2 peak. *Organic Geochemistry*, soumis.

Soil Survey Staff, (1951). Soil Survey Manual. U.S. Departement of Agriculture Handbook n°18, Washington, DC, U.S.

Soil Survey Staff, (1996). Keys to Soil Taxonomy. USDA-NRCS, Washington.

Spehar, C. R., Souza, P. I. M. (1996) Systèmes cultureux durables pour les Cerrados du Brésil. Organisation des Nations Unies pour l'alimentation et l'agriculture. Rome 1996. Gestion intégrée des cultures 1.

Stone, L. F., Da Silveira, P. M. (1978) Conductividade hidráulica de um latossolo vermelho-amarelo. *Pesquisa Agropecuária Brasileira* 13: 63-71.

Sys, C. (1955) The importance of termites in the formation of latosols. *Sols Africains* 3: 1-28.

T

Tardy, Y. (1992). Diversity and terminology of lateritic profiles. In: I. Martini, C. W (Editors), *Weathering, soils and paleosols*. Elsevier, Amsterdam, pp. 379-406.

Tavares Filho, J. (1995). Organisation et comportement de Latosols du Parana (Brésil). Influence de leur mise en culture. Thèse, Université de Nancy I, France, 232 pp.

Tavares Filho, J., Tessier, D. (1998) Influence des pratiques culturelles sur le comportement et les propriétés de sols du Paraná (Brésil). *Etude et Gestion des Sols* 5 (1): 61-71.

Thiry, M., Schmitt, J.-M., Rayot, V., Milnes, A. R. (1995) Géochimie des altérations des profils blanchis du régolithe tertiaire de l'intérieur de l'Australie. *Comptes Rendus de l'Académie des Sciences* 230, Série Ila: 279-285.

Trapnell, C. G., Webster, R. (1986) Microaggregates in red earths and related soils in East and Central Africa, their classification and occurrence. *Journal of Soil Science* 37: 109-123.

Trompette, R. (1994). *Geology of Western Gondwana*. A.A. Balkema, Rotterdam, 350 pp.

Trompette, R., Delvigne, J., Paristot, J.-C. (1981-1982) La documentation de base sur la géologie du Brésil. *Cahiers de l'ORSTOM, série Géologie* 12: 165-169.

Trouvé, C., Disnar, J.-R., Mariotti, A., Guillet, B. (1996) Changes in the amount and distribution of neutral monosaccharides of savanna soils after plantation of *Pinus* and *Eucalyptus* in the Congo. *European Journal of Soil Science* 47: 51-59.

V

van Wambeke, A. (1974). *Management Properties of Ferralsols*. FAO Soil Bulletin, 23. Food and Agriculture Organization of the United Nations, Rome, 111 pp.

Vannière, B., Laggoun-Defarge, F. (2002). Première contribution à l'étude des évolutions paléohydrologiques et à l'histoire des feux en Champagne berrichonne durant l'Holocène. Le cas du " Marais du Grand-Chaumet " (Indre, France). In: J.-P. Bravard, M. Magny (Editors), *Paléo-environnement des rivières et des lacs français depuis 15 000 ans*, pp. 101-124.

Volkoff, B., Cerri, C. C. (1988) L'humus des sols du Brésil. Nature et relations avec l'environnement. *Cahier de l'ORSTOM, série Pédologie* 24 (2): 83-95.

W

Walkley, A., Black, I. A. (1934) An examination of the Degtjareff method for determining soil organic matter and a proposed modification of the chromic acid titration method. *Soil Science* 37: 29-38.

Westerhof, R., Buurman, P., Van Griethuysen, C., Ayarza, M. A., Vilela, L., Zech, W. (1999) Aggregation studied by laser diffraction in relation to plowing and limiting in Cerrado region in Brazil. *Geoderma* 90: 277-290.

Z

Zech, W., Ziegler, F., Kogel-Knabner, I., Haumaier, L. (1992) Humic substances distribution and transformation in forest soils. *The Science of the Total Environment* 117-118: 155-174.

ANNEXES

Annexe 1

Une macrofaune du sol très active

Les organismes vivants du sol sont les bactéries, les champignons, les algues, la partie souterraine des plantes, les animaux allant du protozoaire au mammifère. La faune du sol contribue à la fragmentation des débris végétaux et la microflore à sa minéralisation. Les invertébrés ont un rôle important dans le fonctionnement du système sol-plante (Grimaldi, 2000 ; Gobat et al., 2003) : ils interviennent sur la structure et la constitution du sol qui contrôlent la disponibilité de l'eau et des éléments nutritifs ou toxiques, et influent sur le développement des racines.

a- Données générales

Les invertébrés sont classés selon leur taille et leur comportement vis à vis de l'eau (Lavelle, 1983 ; Lavelle et Spain, 2001) :

- La microfaune est $< 0,2$ mm et vit dans l'eau (protistes et nématodes) ;
- La mésofaune est 0,2 à 10 mm et hygrophile (micro-arthropodes, enchitréides) ;
- La macrofaune est > 10 mm et hygrophile. Elle comprend les vers de terre, les termites, les fourmis et les myriapodes.

Selon Lavelle et Spain (2001), seule la macrofaune est capable de modifier l'environnement physique du sol. Par conséquent, elle peut avoir une influence directe sur la fertilité physique du sol. Ainsi, par son abondance et sa diversité, elle devient un indicateur de la qualité du sol (Decaëns et al., 1994). Dans les sols tropicaux, vers de terre, termites et fourmis sont très bien représentés. Ils interviennent dans le cycle de la matière organique et entraînent des modifications chimiques, physiques et biologiques, notamment en brassant le sol, en remontant des matériaux profonds vers la surface et en réalisant des mélanges entre le sol et les résidus organiques (Eschenbrenner, 1986). Les macroinvertébrés du sol interfèrent sur la chimie mais aussi sur la physique du sol par la formation de macro-agrégats résultant de l'ingestion et de la digestion du sol (Lavelle et Pashanasi, 1989). Les structures biogéniques sont de différentes natures : (i) des buttes, placages, galeries et chambres de termites, (ii) des turricules et galeries de vers de terre, et (iii) des nids et déblais de fourmis (Grimaldi, 2000).

* *Les termites*

Les termites appartiennent à l'ordre des Isoptères. Ils sont présents surtout dans les régions tropicales. Ce sont des insectes vivant en société comprenant des soldats pour défendre la colonie, des ouvriers pour construire, entretenir et nourrir le nid (individus asexués) et un couple royal pour la reproduction (**Figure I-1**). La reine pond environ 40 000 œufs par jours et peut vivre pendant plusieurs dizaines d'années (Gobat et al. 2003). On distingue 3 régimes alimentaires chez les termites :

- Les termites lignivores qui consomment bois, feuilles et chaume, dont les termites fourrageurs qui collectent des herbes sèches pour les ramener à la termitière ;
- Les termites humivores qui se nourrissent de litière et de matière organique humifiée ;
- Les termites champignonnistes qui accumulent des débris végétaux dans des chambres spécifiques de la termitière sous forme de meules où ils sont prédigérés par des champignons qui s'y développent, puis qui consomment à la fois les résidus et les champignons.

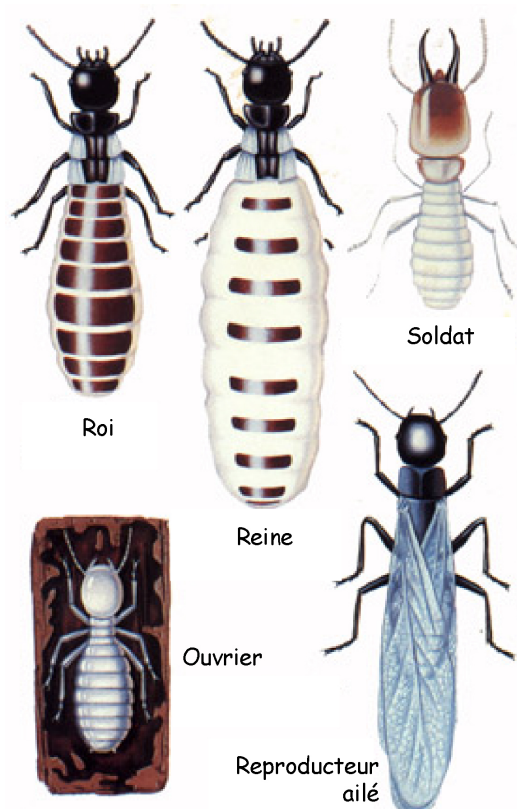


Figure I-1 : Les différents castes des termites
<http://www.billsext.com/termites.htm>

Les termites construisent des nids de différents types (**Figure I-2**) :

- Des dômes épigés pouvant atteindre 6 m de haut ;
- Des nids arboricoles cartonnés ;
- Des ensembles peu ordonnés de galeries et de chambres sur plusieurs centaines de mètres, entre 0.30 et 1.0 m de profondeur en moyenne ;
- Des nids dans le bois mort.

Les matériaux de construction sont très divers. Grâce à leurs mandibules, les termites arrachent des particules de bois, de terre, d'argile, découpent des segments de feuilles. Il a été décrit par Grassé (1984) que chez tous les termites la matière arrachée se logeait dans le

*cibarium*¹, voir jusqu'au pharynx lorsqu'il s'agit de terre ou d'argile. Ainsi, ils façonnent des « boulettes » organo-minérales qui constituent l'unité élémentaire de construction des termitières (Grassé, 1984 ; Eschenbrenner, 1986).

Basic Building Blocks

= Combination of constructed chambers and galleries

Modified as condensed and dispersed nest architectures

Odontotermes magdalenae nest morphology

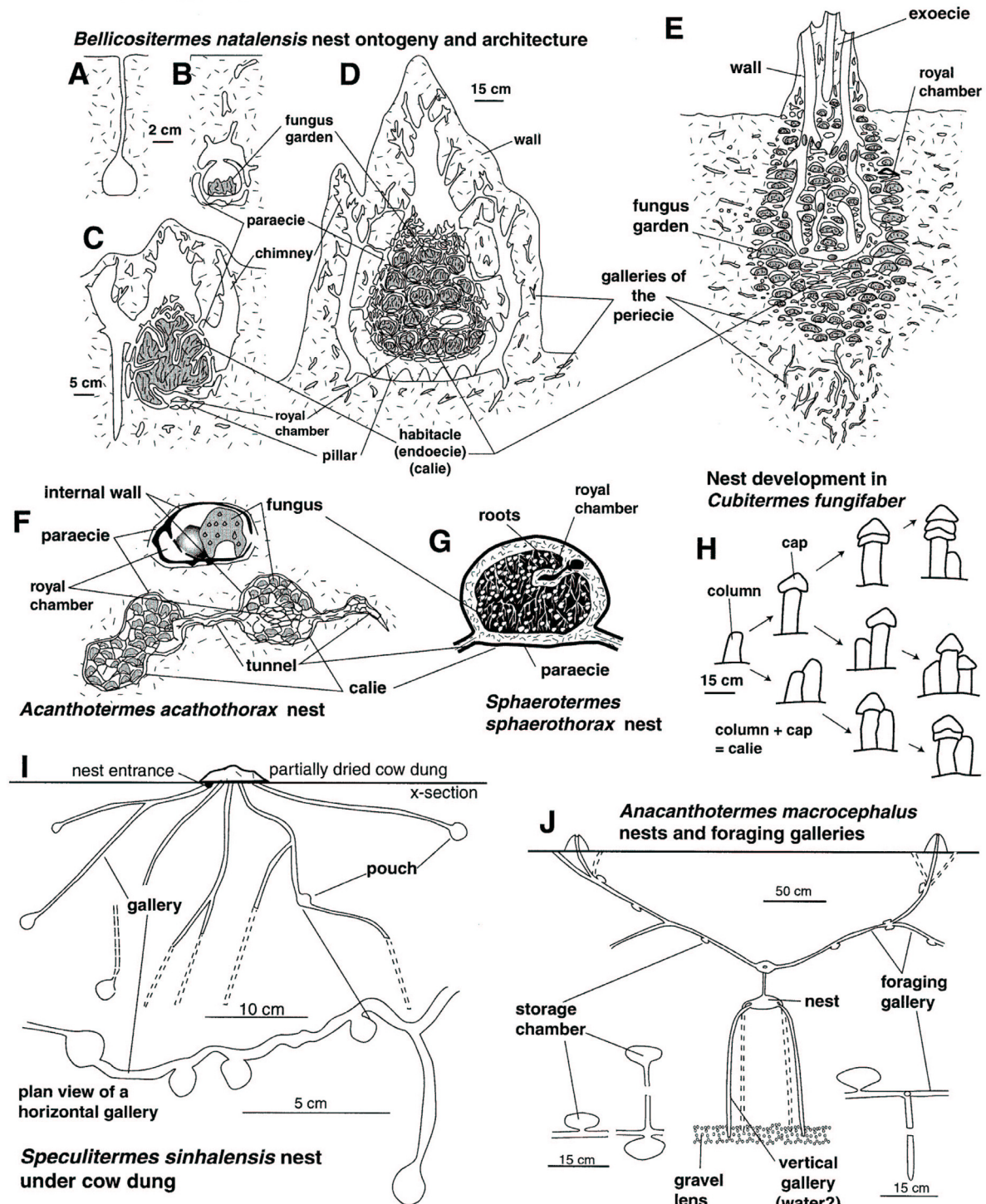


Figure I-2: Exemples de morphologies de nids de termites d'après Hasiotis (2003).

¹ Hypopharynx.

* *Les vers de terre*

Les vers de terre¹ appartiennent à l'ordre des Haplotaxidés, sous-ordre des Lumbrinina, famille des lombricidés. Ils sont répandus sur tout les continents, sauf dans les déserts chauds ou glacés (Gobat et al., 2003). Il existe 3 catégories écologiques de vers de terre (Lavelle et Spain, 2001 ; Gobat et al, 2003) :

- les épigés vivent en surface et sont étroitement liés à la litière ;
- les annéciques ou vers tunneliers, ou encore fousseurs, construisent des réseaux de galeries sur toute la verticale du profil de sol, mais se nourrissent en surface ;
- les endogés vivent en profondeur et sont géophages et rhizophages.

Les vers accroissent la porosité du sol. La création de galeries est en effet une manifestation importante de leur activité. C'est au niveau de ces galeries que se réalisent les interactions vers de terre-écosystème du sol. Elles ont un effet sur les propriétés de transfert du sol (Bouma, 1991) et sur le développement des racines, de la microflore et de la microfaune (Capowiez, 1999). Les déjections des vers de terre ou « turricules » (**Figure I-3**) sont composés d'un mélange de matière minérale et de résidus organiques plus ou moins modifiés. Il a été démontré que ces structures biogéniques entraînaient à court terme, une accélération de la minéralisation de la matière organique (Seuge et al., 1999), et à long terme, une stabilisation et une préservation de cette dernière (Blanchart et al., 1993). D'après Jiménez et al. (2004) l'activité des vers de terre est un facteur important dans la diversification des végétaux.



Figure I-3 : Un turricule de vers de terre (image de 3 cm de haut).

<http://dsne.chez.tiscali.fr/eau/RBVNET/RBV/FVDT HTML>

¹ Aristote les appelait les « intestins de la terre (Gobat et al., 2003). En Inde, le ver de terre est considéré comme un « médiateur de la restauration de la fertilité ». Il est utilisé pour améliorer le sol dans les plantations de thé (Dermathon, 1999).

* *Les fourmis*

Les fourmis appartiennent à l'ordre des Hyménoptères, famille des Formicidés. Elles se répartissent sur l'ensemble des continents sauf dans les régions les plus froides. Elles forment des sociétés qui comprennent des femelles (ou reines) et des mâles, pour la reproduction, et des ouvrières stériles (**Figure I-4**).

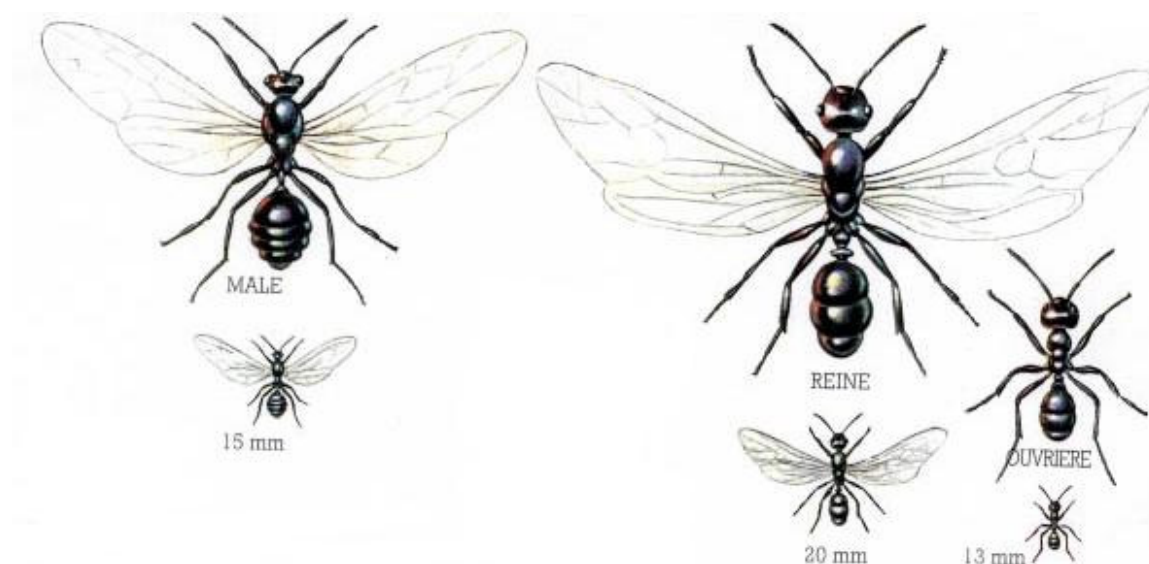


Figure I-4 : Les différents habitants de la fourmilière (en bas de l'image en grandeur réelle).

<http://membres.lycos.fr/dmouli/>

Elles peuvent être phytophages, granivores, carnivores mais sont le plus souvent omnivores (Gobat et al, 2003). Leur mode de vie est très varié d'où une grande diversité dans la construction de la fourmilière (**Figure I-5**). Celle-ci est creusée dans le sable, l'argile ou au centre d'une vieille souche d'arbre. Pour creuser les galeries, les fourmis utilisent leurs mandibules comme pelles et elles se servent de leur patte antérieure pour ratisser le sol et pour confectionner des boulettes faisant office de mortier. La majorité des nids sont sous terre, surmontés ou non par un dôme. Comme les termites, elles peuvent nidifiées dans le bois mort, dans les arbres (en carton de bois ou de feuilles). D'autres plus nomades, se contentent d'un bivouac et façonnent leur nid avec leurs propres corps, attachés les uns aux autres (comme les fourmis magnans).

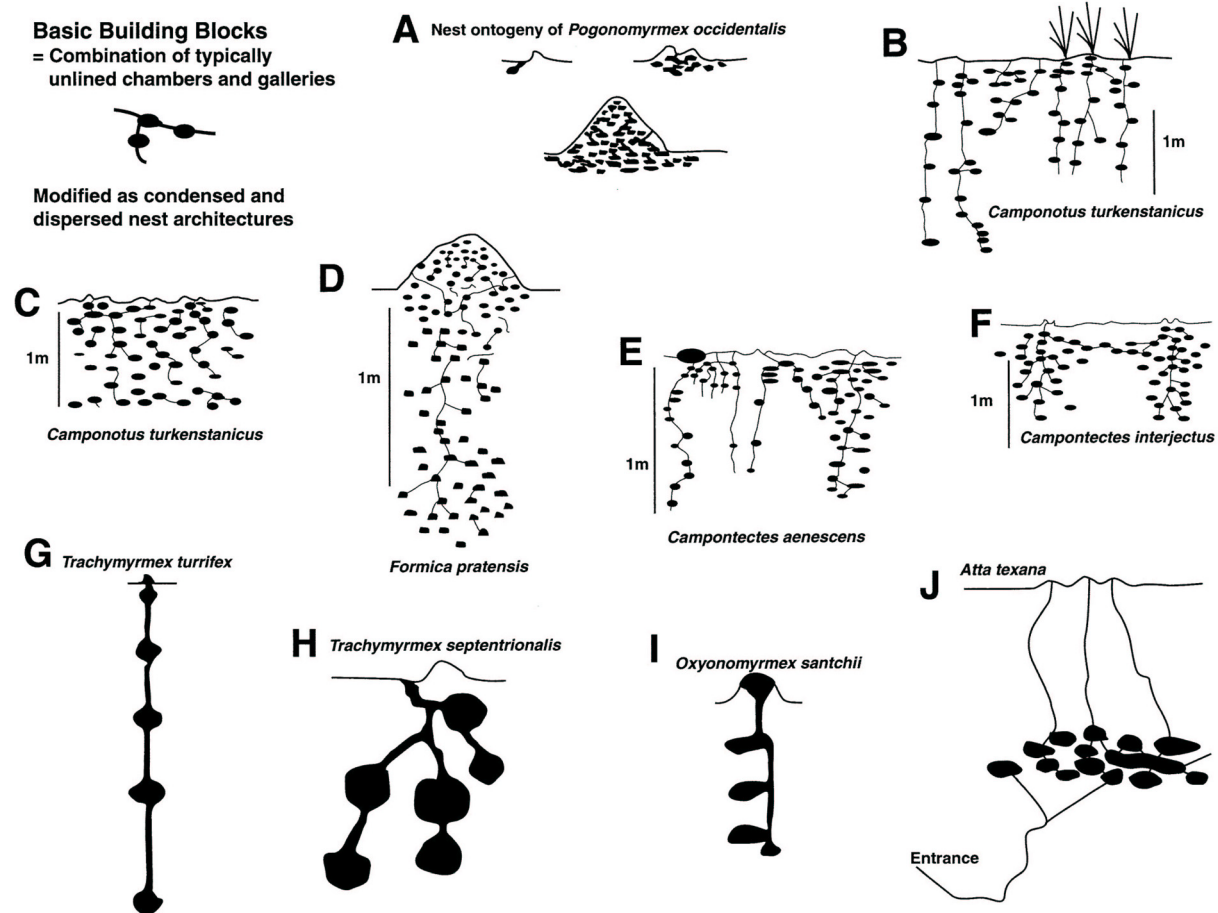


Figure I-5 : Exemples de morphologies de nids de fourmis d'après Hasiotis (2003).

Références bibliographiques

Blanchard, E., Bruand, A., Lavelle, P. (1993) The physical structure of casts of *Millsonia anomala* (Oligochaeta : Megascolecidae) in shrub savanna soil (Côte d'Ivoire). *Geoderma* 56: 119–132

Bouma, J. (1991) Influence of soil macroporosity on environmental quality. *Advances in Agronomy* 46: 1-37

Capowiez, Y., (1999). Structure tridimensionnelle des réseaux de galeries et trajectoires des lombriciens. Approches méthodologiques et expérimentales, Ecole Nationale Supérieure Agronomique, Montpellier, 262 pp.

Decaens, T., Lavelle, P., Jimenez, J. J., Escobar, G., G., R. (1994) Impact of soil management on soil macrofauna in the oriental Llanos of Colombia. *European Journal of Soil Biology* 30 (4): 157-168

Eschenbrenner, V. (1986) Contribution des termites à la microagrégation des sols tropicaux. *Cahiers de l'ORSTOM, série Pédologie* 22, 4: 397-408

Gobat, J.-M., Aragno, M., Matthey, W., (2003). *Le Sol Vivant*. Collection Gérer l'Environnement, 14. Presses Polytechniques et Universitaires Romandes, Lausanne, 568 pp.

Grassé, P.-P., (1984). *Termitologia. Anatomie-Physiologie-Biologie-Systématique des termites*, Tome II, Paris, 613 pp.

Grimaldi, M. (2000) Effet des structures biogéniques sur le fonctionnement du système sol-plante. In: *La faune des sols : nature et effets dans le fonctionnement du système sol-plante*, vol., pp 137-149

Hasiotis, S. T. (2003) Complex ichnofossils of solitary and social soil organisms: understanding their evolution and roles in terrestrial paleoecosystems. *Paleogeography, Paleoclimatology, Paleoecology* 192: 259-320

Jimenez, J. J., Decaens, T. (2004) The impact of soil organisms on soil functioning under neotropical pastures: a case study of a tropical anecic earthworm species. *Agriculture, Ecosystems & Environment* 103 (2): 329-342

Lavelle, P., (1983). The soil fauna of tropical savannas. I. The community structure. In: F. Bourlière (Editor), *Tropical savannas*, pp. 477-484.

Lavelle, P., Pashanasi, B. (1989) Soil macrofauna and land management in Peruvian Amazonia (Yurimaguas, Loreto). *Pedobiologia* 33: 283-291

Lavelle, P., Spain, A. V., (2001). *Soil Ecology*. Kluwer Academic Publishers, Dordrecht.

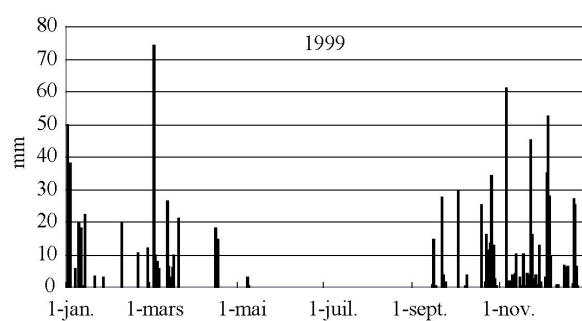
Seuge, C., Rouland, C., Fall, S., Brauman, A., Mora, P. (1999) Importance des turricules de vers et des placages de quelques espèces de termites dans des jachères (Haute-Casamance, Sénégal). In: J. Libbey (ed) *Actes du séminaire International. La jachère en Afrique tropicale : Rôles, Aménagement, Alternatives.*, vol 2., Dakar, pp 142-149

Annexe 2

Climat et végétation de la zone d'étude

Climat

Pluies journalières de la Fazenda Rio de Janeiro



Pluies mensuelles de la Fazenda Rio de Janeiro

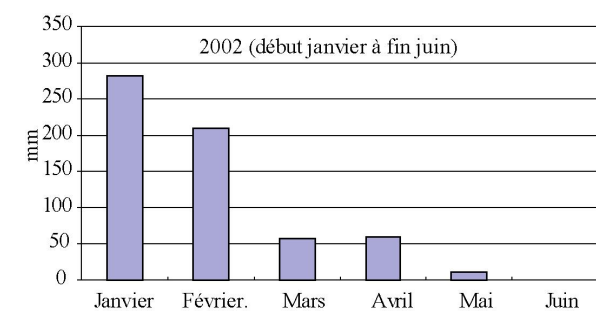
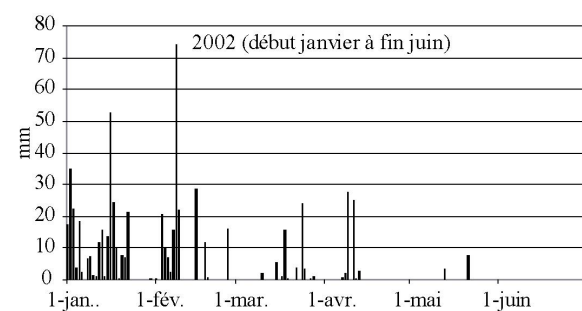
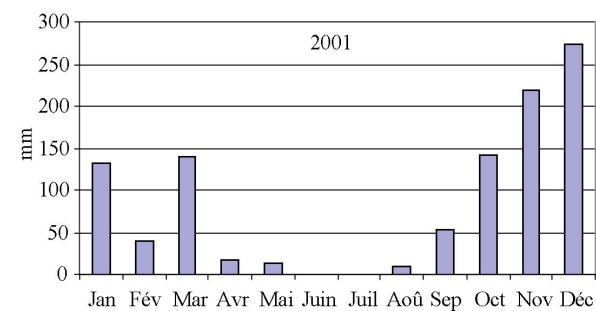
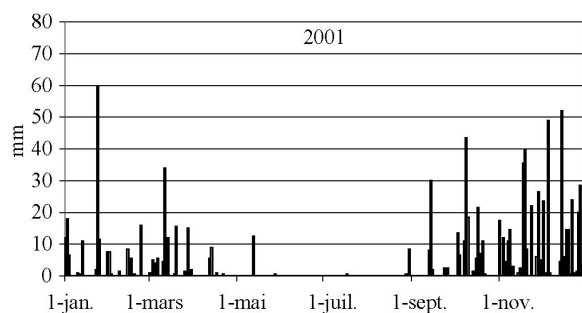
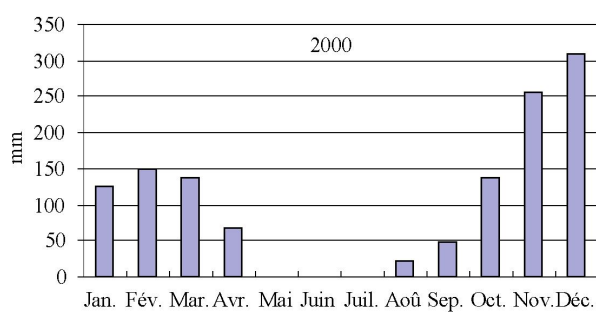
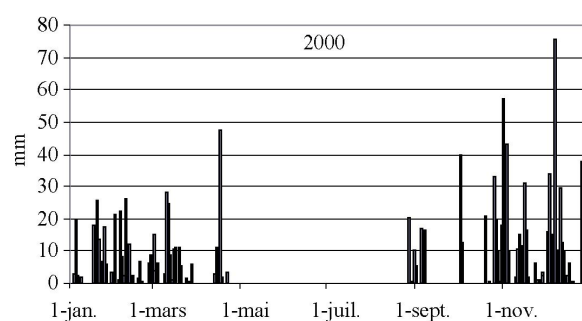
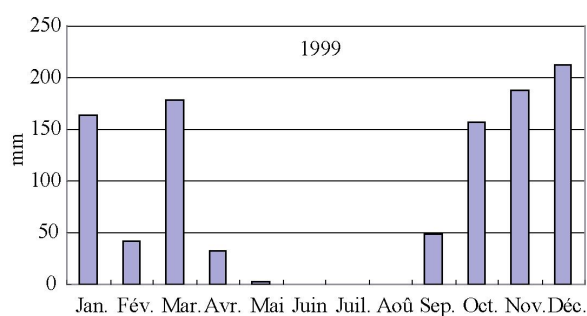


Figure II-1: Données détaillées sur les précipitations de la zone d'étude pour les années 1999 à 2002 (dont les 2 mois de prélèvement des échantillons). Mesures effectuées par Didier Brunet (I.R.D.)

Premier inventaire de la végétation du Cerradão

Tableau II-1 : Liste provisoire et non exhaustive des espèces les plus communes du "Cerradão" de la zone d'étude réalisée par Danielle Mitja (I.R.D.) le 27 janvier 2004.

N° herbier	Noms	Famille
7616	<i>Astronium fraxinifolium</i> Schott.	Anacardiaceae
7834	<i>Tapirira guianensis</i> Aubl.	Anacardiaceae
7621	<i>Annona crassiflora</i> Mart.	Annonaceae
7601	<i>Xylopia sericea</i> A. St. Hil.	Annonaceae
7688	<i>Aspidosperma macrocarpon</i> Mart.	Apocynaceae
7637	<i>Aspidosperma tomentosum</i> Mart.	Apocynaceae
7646	<i>Syagrus</i> sp.	Arecaceae
7895	<i>Piptocarpha rotundifolia</i> (Less.) Baker	Asteraceae
7658	<i>Copaifera langsdorffii</i> Desv.	Caesalpiniaceae
7694	<i>Copaifera martii</i> Hayne	Caesalpiniaceae
7609	<i>Hymenaea courbaril</i> L.	Caesalpiniaceae
7614	<i>Hymenaea stignocarpa</i> Mart. ex Hayne	Caesalpiniaceae
7698	<i>Sclerolobium aureum</i> (Tul.) Benth.	Caesalpiniaceae
7626	<i>Sclerolobium paniculatum</i> Vog.	Caesalpiniaceae
4801	<i>Caryocar brasiliense</i> Camb.	Caryocaraceae
7687	<i>Hirtella glandulosa</i> Speng.	Chrysobalanaceae
7754	<i>Hirtella gracilipes</i> (Hook. F.) Prance	Chrysobalanaceae
7773	<i>Terminalia argentea</i> Mart. & Zucc.	Combretaceae
7602	<i>Connarus</i> sp.	Connaraceae
7732	<i>Curatella americana</i> L.	Dilleniaceae
7641	<i>Davilla elliptica</i> St. Hil.	Dilleniaceae
7617	<i>Diospyros sericea</i> A.DC.	Ebenaceae
7702	<i>Erythroxylum tortuosum</i> Mart.	Erythroxylaceae
7654	<i>Pera glabrata</i> (Schott.) Baill.	Euphorbiaceae
7697	<i>Acosmium dasycarpum</i> (Vog.) Yakovl.	Fabaceae
7606	<i>Andira</i> sp.	Fabaceae
7611	<i>Bowdichia vigiloides</i> H. B. & K.	Fabaceae
4792	<i>Dalbergia violacea</i> (Vog.) Malme	Fabaceae
7778	<i>Machaerium acutifolium</i> Vog.	Fabaceae
7714	<i>Machaerium opacum</i> Vog.	Fabaceae
7696	<i>Pterodon pubescens</i> (Benth.) Benth.	Fabaceae
7635	<i>Kielmeyera coriacea</i> (Spreng.) Mart.	Guttiferae
7623	<i>Kielmeyera speciosa</i> St. Hil.	Guttiferae
7802	<i>Salacia crassifolia</i> (Mart.) G. Don.	Hippocrateaceae
7607	<i>Emmotum nitens</i> (Benth.) Miers	Icacinaceae
7667	<i>Lafoensia pacari</i> St. Hil.	Lythraceae
7608	<i>Byrsonima</i> sp.	Malpighiaceae
7638	<i>Peixotoa</i> sp.	Malpighiaceae
7600	<i>Miconia stenostachya</i> DC.	Melastomataceae
7657	<i>Dimorphandra mollis</i> Benth.	Mimosaceae
7690	<i>Enterolobium gummiferum</i> (Mart.) Macb.	Mimosaceae
7751	<i>Stryphnodendron adstringens</i> (Mart.) Cov.	Mimosaceae
7620	<i>Siparuna guianensis</i> Aubl.	Monimiaceae
4812	<i>Brosimum gaudichaudii</i> Tréc.	Moraceae
7821	<i>Rapanea guianensis</i> Aubl.	Myristicaceae
7686	<i>Myrcia sellowiana</i> Berg.	Myrtaceae
7647	<i>Pisonia noxia</i> Netto	Nyctaginaceae
4804	<i>Roupala montana</i> Aubl.	Proteaceae
7618	<i>Alibertia</i> sp.	Rubiaceae
7639	<i>Rudgea viburnoides</i> (Cham.) Benth.	Rubiaceae
7656	<i>Tocoyena formosa</i> (Cham. & Schlecht.) K. Schum.	Rubiaceae
7768	<i>Simarouba versicolor</i> St. Hil.	Simaroubaceae
7683	<i>Qualea grandiflora</i> Mart.	Vochysiaceae
7612	<i>Qualea multiflora</i> Mart.	Vochysiaceae
7615	<i>Qualea parviflora</i> Mart.	Vochysiaceae
7636	<i>Salvertia convallariaeodora</i> St. Hil.	Vochysiaceae
7649	<i>Vochysia elliptica</i> Mart.	Vochysiaceae

Annexe 3 Protocoles expérimentaux

Analyse granulométrique par sédimentation **Méthode de la pipette de Robinson**

Principe

- Mise en suspension des particules minérales d'un échantillon de terre et stabilisation de cette suspension dans des conditions bien définies, en particulier destruction des agrégats.
- Séparation des différentes classes de particules par sédimentation par gravité pour les fractions fines ($< 50\mu\text{m}$) et par tamisage pour les fractions supérieures.
- Prélèvement des fractions fines par la méthode de la pipette : on prélève dans le plan de mesure, à des temps t échelonnés, un petit volume connu de la suspension. Pour chaque prélèvement, on pèse le résidu solide après évaporation du liquide.

1/Dispersion

Dispersants : (Embrapa, Brésil)

Soude NaOH 1N : peser 40 g de NaOH et le dissoudre dans de l'eau distillée et compléter le volume jusqu'à 1 L.

Hexamétaphosphate de Sodium : peser 35.7 g d'hexamétaphosphate (ou calgon), dissoudre dans l'eau distillée, ajouter 7.94 g de carbonate de sodium anhydre (tampon), compléter jusqu'à 1 L avec de l'eau.

Méthode

- Dans un flacon plastique, verser 10g d'échantillon ($< 2\text{mm}$), mélanger avec 100mL d'eau (environ), 10 mL de NaOH et 10 mL d'hexamétaphosphate de sodium.
- Laisser décanter 12 h.
- Agiter pendant 12 h ou 1 nuit (agitateur mécanique par retournement).

2/Séparation

- Les échantillons sont versés dans des éprouvettes graduées de 1L. Ajouter le complément en eau pour atteindre 1L (**Figure III-1a**).
- En parallèle préparer un échantillon témoin, avec 10mL de NaOH, 10 mL d'hexamétaphosphate de sodium et de l'eau dans une éprouvette de 1L.
- Mesurer la température des solutions.
- Noter l'heure après chaque agitation.
- Agitation : boucher l'ouverture des éprouvettes avec la main (et un film de paraffine) et mélanger manuellement en effectuant 10 mouvements de renversement. Déclencher rapidement le chronomètre (le garder en main lors de l'agitation).
- Prélèvement à la pipette de Robinson (**Figure III-1b**) de la fraction limon fin (ordre de 4 min): se reporter au tableau. Pour une température x , prélèvement de la fraction limon fin à n cm, à un temps t . Prélever 10 (ou 20) mL, les verser dans une coupelle en verre (connaître la tare) et mettre à sécher à l'étuve à 105°C (**Figure III-1c**). Peser.

- Prélèvement à la pipette de Robinson de la fraction argile (ordre de 5 à 8h): se reporter au tableau. Idem ci-dessus. Prélever 10 (ou 20) mL.
 - Tamiser tout l'échantillon à 50 μm pour récupérer la fraction sable (**Figure III-1d**). Une fois sec, tamiser ce sable à 200 μm pour distinguer les fractions sables fins et sables grossiers.
 - La fraction limon grossier est obtenue par déduction.
- Les résultats sont reportés dans le **tableau III-1**.

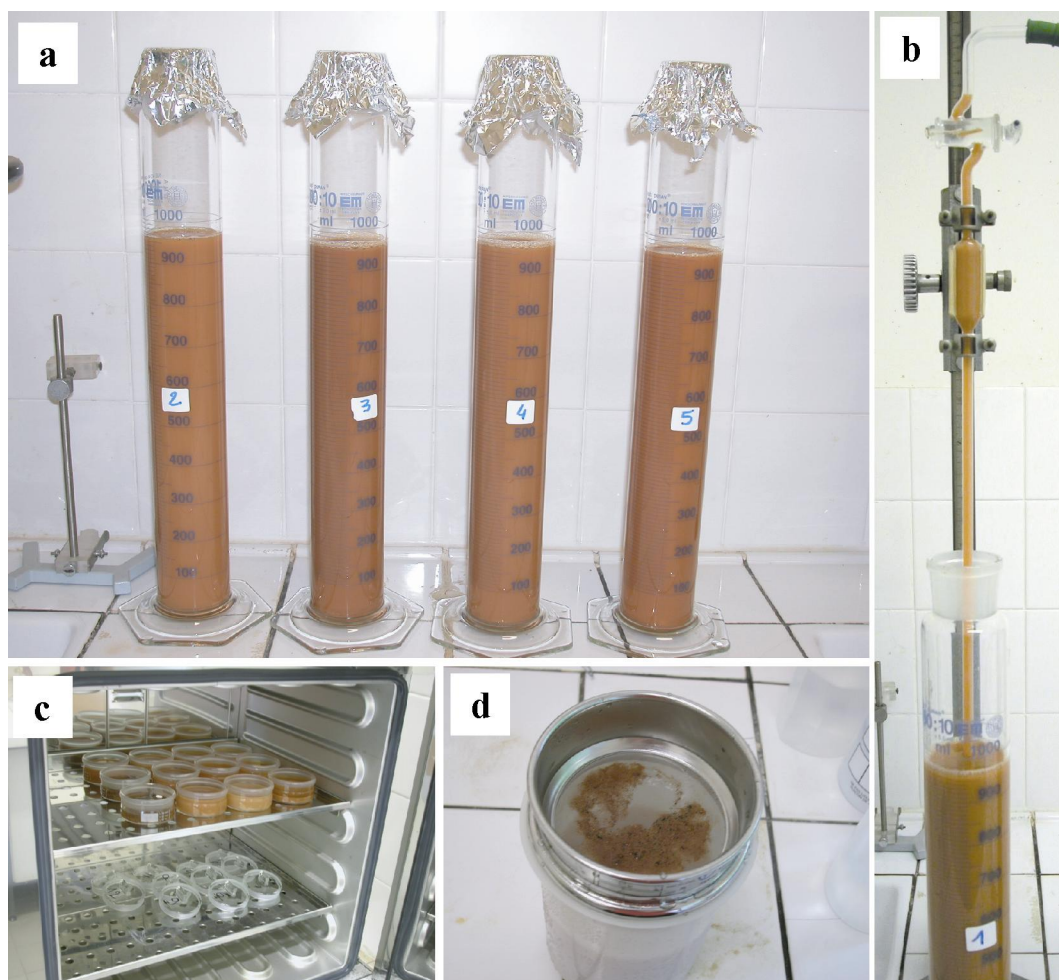


Figure III-1 : Matériel utilisé pour l'analyse granulométrique, a) éprouvette de 1L; b) pipette de Robinson ; c) les coupelles sont mises à l'étuve; d) la fraction sable est récupérée par tamisage.

Tableau III-1 : (Page suivante) Résultats de la granulométrie par sédimentation et pipette de Robinson. (Les moyennes pour chaque profil sont notées A : fraction argile < 2 μm ; L : fraction limon entre 2 et 50 μm ; S : fraction sable > 50 μm , et la teneur en eau W).

		Profondeurs (cm)	ARGILE %	Lim fin %	L G %	limon%	Sab f%	Sab g%	Sab total%	W %
CER 1		0-10	70,7	4,8	8,8	13,6	5,7	10,1	15,8	4,8
		10-20	71,2	8,8	6,6	15,4	6,4	7,0	13,4	5,2
		20-30	73,2	5,8	8,1	13,9	5,0	7,8	12,8	7,2
		30-40	74,2	9,3	2,8	12,1	6,6	7,1	13,7	6,9
		40-50	73,6	13,6	1,7	15,3	4,7	6,4	11,1	5,7
		50-60	73,1	7,7	8,9	16,7	5,1	5,1	10,2	10,6
		60-70	74,7	10,6	3,4	14,0	4,8	6,5	11,3	3,4
		70-80	74,1	8,7	8,0	16,7	5,1	4,1	9,3	6,2
		80-90	75,2	10,3	3,7	14,0	4,7	6,1	10,8	8,8
	A 74	90-100	73,4	10,0	7,3	17,3	5,9	3,5	9,4	7,9
	L 16	100-110	75,3	10,6	3,5	14,1	4,8	5,8	10,6	2,2
	S 11	110-120	72,9	10,0	7,9	18,0	5,1	4,0	9,1	4,8
		120-130	75,1	11,1	3,0	14,1	5,7	5,1	10,8	6,6
		130-140	72,3	9,7	8,8	18,5	4,9	4,3	9,2	4,7
		140-150	73,9	11,3	4,2	15,5	5,1	5,5	10,6	3,0
		150-160	74,0	9,6	7,9	17,5	5,2	3,3	8,5	3,5
CER 2		0-10	75,2	4,6	8,6	13,2	4,8	6,8	11,6	1,8
		10-20	75,1	6,1	8,5	14,5	5,9	4,5	10,4	1,7
		20-30	75,5	5,8	8,2	14,0	5,1	5,4	10,5	1,7
		30-40	74,0	10,0	7,2	17,2	4,5	4,3	8,8	1,6
		40-50	75,7	10,9	3,9	14,8	4,2	5,3	9,5	1,6
		50-60	77,1	7,2	7,6	14,8	3,8	4,3	8,1	1,7
		60-70	75,5	9,8	6,0	15,8	4,3	4,4	8,7	2,4
		70-80	76,1	8,4	7,1	15,5	4,5	3,9	8,4	5,4
	A 75	80-90	74,9	10,8	4,5	15,4	4,6	5,1	9,7	2,2
	L 15	90-100	76,2	9,2	6,1	15,3	4,8	3,7	8,5	4,9
	S 9	100-110	75,5	9,5	5,4	14,9	5,0	4,6	9,6	4,3
		110-120	74,4	9,2	7,9	17,1	4,6	3,9	8,5	3,2
		120-130	75,1	9,6	5,0	14,6	5,2	5,1	10,3	2,4
		130-140	74,0	9,8	7,5	17,3	5,0	3,7	8,7	2,5
		140-150	75,5	9,5	4,1	13,5	5,1	5,9	11,0	5,2
		150-160	73,8	10,0	7,2	17,3	5,7	3,2	8,9	3,2
PAT 1		0-10	69,3	7,9	11,7	19,7	5,5	5,6	11,1	1,7
		10-20	71,5	6,3	13,1	19,4	5,6	3,5	9,1	1,8
		20-30	71,3	8,0	12,4	20,5	4,2	4,0	8,3	3,2
		30-40	71,3	8,0	11,7	19,7	5,3	3,8	9,0	4,6
		40-50	67,8	14,3	8,3	22,5	4,5	5,1	9,6	6,9
		50-60	67,2	11,9	12,0	23,8	4,3	4,7	9,0	2,0
		60-70	68,9	13,6	9,0	22,6	5,0	3,5	8,5	3,0
		70-80	68,5	13,4	10,3	23,7	4,8	3,0	7,8	3,2
	A 69	80-90	69,6	12,1	9,8	21,9	5,3	3,1	8,4	5,2
	L 22	90-100	68,7	13,3	10,0	23,4	5,0	2,9	7,9	3,7
	S 8	100-110	70,7	11,4	9,2	20,7	5,5	3,1	8,6	4,4
		110-120	68,4	12,2	12,1	24,3	4,6	2,7	7,3	4,4
		120-130	70,7	11,1	9,6	20,7	5,1	3,6	8,6	3,2
		130-140	67,2	12,4	12,5	24,9	5,4	2,5	7,9	2,8
		140-150	70,9	9,6	10,5	20,1	5,4	3,6	9,0	2,8
		150-160	68,9	12,1	11,3	23,3	5,2	2,6	7,8	6,3
PAT 2		0-10	74,8	5,1	8,8	13,9	4,3	7,1	11,3	13,0
		10-20	74,8	9,2	4,5	13,6	6,0	5,6	11,6	12,5
		20-30	78,5	5,2	6,9	12,1	4,4	4,9	9,4	9,3
		30-40	79,6	5,3	7,0	12,2	4,0	4,1	8,2	7,5
		40-50	74,9	16,1	0,6	16,7	4,0	4,5	8,4	12,0
		50-60	77,3	7,9	7,5	15,3	3,8	3,6	7,4	14,6
		60-70	78,7	9,7	2,9	12,6	4,5	4,2	8,7	14,8
		70-80	77,6	9,1	6,3	15,4	4,3	2,6	6,9	11,8
	A 78	80-90	79,6	8,3	2,9	11,2	4,0	5,2	9,2	14,0
	L 14	90-100	77,4	9,5	5,9	15,4	4,3	2,9	7,2	8,7
	S 8	100-110	79,2	9,4	2,3	11,7	4,2	4,9	9,1	9,8
		110-120	76,0	10,3	6,7	17,0	4,1	2,9	7,0	10,9
		120-130	79,3	9,6	1,1	10,8	4,6	5,2	9,9	9,6
		130-140	75,9	10,3	6,8	17,2	4,2	2,6	6,9	13,3
		140-150	78,5	9,6	2,5	12,1	4,5	4,9	9,4	14,4
		150-160	75,0	9,8	8,1	17,9	4,3	2,8	7,1	13,4
PAT 3		0-10	76,0	5,3	8,1	13,4	5,1	5,4	10,5	1,4
		10-20	76,6	5,2	9,1	14,3	4,6	4,5	9,1	2,0
		20-30	76,5	6,2	7,8	14,0	4,5	5,0	9,5	2,6
		30-40	78,2	5,7	7,4	13,2	4,1	4,5	8,7	7,4
		40-50	75,5	11,4	3,8	15,2	4,2	5,1	9,3	4,4
		50-60	78,5	9,9	3,1	13,0	4,8	3,7	8,5	2,5
		60-70	78,2	8,7	3,7	12,4	4,5	4,9	9,4	1,3
		70-80	79,4	9,3	2,4	11,7	5,7	3,2	8,9	1,7
	A 78	80-90	78,3	8,2	6,1	14,3	4,0	3,4	7,4	1,2
	L 13	90-100	79,4	9,3	2,2	11,5	6,0	3,2	9,1	1,0
	S 9	100-110	79,8	7,7	3,1	10,8	4,8	4,6	9,4	1,6
		110-120	77,9	8,1	6,3	14,5	4,0	3,7	7,7	1,2
		120-130	76,1	8,1	6,0	14,1	4,8	5,0	9,8	3,0
		130-140	78,7	10,5	2,4	12,9	5,4	3,0	8,4	3,1
		140-150	77,3	8,4	6,7	15,1	4,5	3,1	7,6	1,6
		150-160	78,7	9,6	2,7	12,3	4,5	4,5	9,0	1,2
		160-170	76,0	8,6	7,9	16,5	4,2	3,3	7,5	1,2

Spectrométrie d'émission plasma à couplage inductif (ICP)

La spectrométrie d'émission Plasma à Couplage Inductif (ICP) est utilisée pour l'analyse élémentaire d'échantillons (liquides ou solides mis en solution). Il s'agit d'une spectrométrie d'émission. Un plasma d'argon (environ 10 000 °K) échange son énergie avec les atomes présents dans la solution. En retournant à un état moins énergétique (désexcitation) ces atomes émettent des radiations de longueur d'onde caractéristique de l'élément. Les raies obtenues sont de deux types: atomiques et ioniques. Le matériel utilisé est un spectromètre Jobin-Yvon ULTIMA à visée radiale¹ et un ensemble nébuliseur Meinhard® et chambre de nébulisation en verre. La solution à analyser est introduite dans un nébuliseur à l'aide d'une pompe péristaltique qui délivre un débit constant. Le brouillard obtenu dans la chambre de nébulisation est entraîné par un flux d'argon dans la torche à plasma. Les concentrations des éléments en solution peuvent être déterminées en utilisant une courbe d'étalonnage établie à partir de solutions synthétiques de concentrations connues ou bien d'échantillons standards (Géostandards) mis en solution. Les solides sont mis en solution par fusion alcaline avec ajout d'un fondant (en général LiBO₂) dans un creuset en graphite à l'aide d'une perleuse.

Les analyses ont été faites sur 2 échantillons de roche prélevés à proximité du site d'étude, sur des échantillons de sol prélevés entre 0 et 10 cm pour les profils CER 1, PAT 1 et PAT 3, ainsi que sur un échantillon de termitière épigée (du profil PAT 1). Les résultats sont exprimés en pourcentage pondéral d'oxydes et rassemblés dans le **tableau III-2**.

% oxyde	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	TiO ₂	K ₂ O	CaO	MgO	MnO	Na ₂ O	P ₂ O ₅	somme
CER 1 0-10 cm	44,6	38,9	13,0	2,3	0,1	0,7	0,2	0,0	0,0	0,1	100,0
PAT 1 0-10 cm	51,1	32,3	12,4	1,9	0,7	1,0	0,5	0,0	0,0	0,0	100,0
PAT 3 0-10 cm	44,6	38,4	13,8	2,2	0,2	0,4	0,2	0,0	0,0	0,1	100,0

Tableau III-2 : Résultats de la spectrométrie plasma ICP.

On observe une légère différence de composition entre les profils CER 1 et PAT 3 d'une part et le profil PAT 1 d'autre part. En effet, l'échantillon du profil PAT 1 montre des teneurs en SiO₂, K₂O, CaO et MgO plus élevées et des teneurs en Al₂O₃, Fe₂O₃, TiO₂ (et P₂O₅) plus faibles.

¹ Equipé d'un monochromateur à deux réseaux 4320 tr/mm et 2400 tr/mm pour des longueurs d'onde allant de 170 nm à 780 nm, d'un logiciel IMAGE permettant l'acquisition de tout le spectre d'émission en quelques minutes et son exploitation, d'un passeur automatique d'échantillons, d'une chambre CMA pour la génération d'hydrures améliorant la sensibilité de As, Hg, et Se.

Annexe 4

Protocoles expérimentaux et données complémentaires

Protocole expérimental pour l'analyse des sucres en GC-FID

Matériel :

- tubes Pyrex de 25 ml propres passés à l'étuve à 180°C pendant 3h
- ballons de 100 ml pour pouvoir évaporer propres passés à l'étuve à 180°C pendant 3h
- dispositif pour faire le vide
- évaporateur rotatif
- étuve(s), centrifugeuse
- papier pH universel 1-10

Produits :

- Acide sulfurique 98%, densité 1,84 g/cm³ Normapur Prolabo
- Deoxyglucose Fluka
- Carbonate de calcium précipité Rectapur Prolabo
- Hydroxyde de sodium en pastilles Labosi
- Pentoxyde de phosphore purifié Prolabo
- Perchlorate de lithium Fluka
- Pyridine Merck
- (N-O) bis (triméthyl sylil)trifluoroacétamide avec 1% de triméthylchlorosilane = TriSil

Préparation de l'acide sulfurique 1,2 M :

- Dans une fiole de 100 ml, verser environ 80 ml d'eau distillée
- Ajouter 6,6 ml d'acide sulfurique 18 M (98 %, 1,84 g/cm³)
- Compléter avec de l'eau lentement et laisser refroidir
- Lorsque la solution est à température ambiante, compléter à nouveau jusqu'au trait de jauge

Préparation de l'acide sulfurique 24 N :

- Dans une éprouvette de 20 ml placée dans un bain d'eau froide, verser environ 5 ml d'eau distillée
- Ajouter très doucement 13,2 ml d'acide sulfurique 18 M
- Attendre le refroidissement et compléter à 20 ml avec de l'eau

Préparation de la solution de déoxyglucose :

- Peser environ exactement 20 mg de déoxyglucose dans une fiole de 50 ml
- Compléter avec de l'eau (on obtient une solution à environ 0,4 mg/ml)

Préparation du mélange LiClO₄/pyridine (0,2 % (m/v))

- Peser 30 mg de perchlorate de lithium dans un tube Pyrex
- Ajouter 15 ml de pyridine

Attaque douce H₂SO₄ 1,2 M

Cette attaque a pour but de libérer les sucres les plus fragiles, ceux constituant l'hémicellulose.

- peser précisément dans des tubes Pyrex propres les échantillons broyés à l'aide de petits carrés de papier aluminium
- pour 20 mg, ajouter 5 ml d'H₂SO₄ 1,2 M
- faire le vide dans les tubes jusqu'à cessation du dégagement de bulles d'air, pour obtenir une bonne imprégnation du matériel et pour éviter une oxydation à chaud des sucres (tapoter sur le tube et le tirer vers le bas de temps en temps pour faciliter le dégagement des bulles)
- placer les tubes 3 heures dans une étuve à 100°C, agiter environ toutes les heures les tubes pour une plus grande dispersion du matériel dans l'acide
- après refroidissement des tubes (bain d'eau), ajouter 1 à 2 ml de solution de déoxyglucose (standard interne), mélanger et verser le contenu dans des béchers
- neutraliser l'acide sulfurique avec du carbonate de calcium (environ 2 g pour 5 ml d'H₂SO₄) jusqu'à pH = 7 (papier pH vert) (fin du dégagement gazeux $2H^+ + CO_3^{2-} = CO_2, H_2O$, les sels sulfates précipitent)
- centrifuger dans des tubes coniques de 60 ml pendant 20 minutes à 3000 tours/min
- récupérer les liquides dans des ballons et évaporer l'eau au rotavapor (bain marie 50°C) jusqu'à ce qu'il ne reste que quelques gouttes de liquide
- reprendre 2 fois avec 10 ml de méthanol à 50°C pendant 15 minutes, bien boucher les ballons
- centrifuger les extraits obtenus 5 minutes à 2500 tours/min
- récupérer les surnageants dans des ballons et évaporer le solvant au rotavapor (bain marie 20°C)
- placer 12 heures les ballons « secs » au dessiccateur contenant des pastilles d'hydroxyde de potassium et du pentoxyde de phosphore pour s'assurer de l'absence d'éventuelles traces d'acide et d'eau
- équilibrer les différentes formes anomères des sucres pendant 16 h (1 nuit) à 60°C en ajoutant 1 ml du mélange LiClO₄/pyridine et faire glisser le liquide le long des parois des ballons (bien boucher les ballons)
- dériver les sucres équilibrés avec 0,5 ml de « TriSil » à 60°C pendant 1h (bien boucher les ballons)

Attaque forte précédée d'un prétraitement à froid

Cette attaque précédée d'un prétraitement avec un acide à forte concentration a pour but d'attaquer la cellulose et de libérer les monomères de glucose qui la constituent tout en dégradant partiellement ceux de l'hémicellulose.

- peser précisément dans des tubes Pyrex propres les échantillons broyés à l'aide de petits carrés de papier aluminium
- recouvrir l'échantillon avec 1 ml d'acide sulfurique 24 N
- Agiter légèrement et s'assurer que l'ensemble de la matière est immergée dans l'acide
- Laisser agir durant 16 heures (1 nuit)
- Compléter sous un bain d'eau froide avec 9 ml d'eau distillée pour obtenir de l'acide à 1,2 M

- Placer les tubes à l'étuve à 100°C pendant 5h, agiter environ toutes les heures les tubes pour une plus grande dispersion du matériel dans l'acide
- Après refroidissement des tubes (bain marie), ajouter 1 à 2 ml de solution de déoxyglucose (standard interne)
- Verser les hydrolysats dans des béchers et neutraliser avec du carbonate de calcium
- La suite du protocole est la même que pour la première attaque.

Protocole expérimental pour l'analyse de la lignine : préparation des phénols par la méthode au CuO

Matériels :

Container en téflon de 42,50 ml et son couvercle et bombe en acier inox.
 Seringues de 10 ml.
 Flacon de penicilline de 15 ml (OSI, A20 700 25).
 Flacon de penicilline de 50 ml.
 Bouchons et capsules pour flacons de penicilline.
 Barreaux aimantés.
 Etuve à 170 °C.
 Centrifugeuse, tubes de 100 ml.
 Erlenmeyer de 200-250 ml.
 Ampoule à décanter 250 ml à clé téflon.
 Ballons à fond rond de 100 ml pour évaporation rotative.
 Filtre-seringue diamètre 17 mm, embout Luer, membrane PTFE, porosité de 22 µm.

Produits :

Bouteille d'azote
 CuO, Copper (II) oxide ALDRICH, 24 174-1.
 Sel de Mohr ($\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), Ammonium iron (II) sulfate hexahydrate ALDRICH, 21 540-6.
 Ether, ALDRICH, 17 927-2.
 NaOH, solution 2N, désoxygénée.
 HCl, solution 6N.
 Méthanol.

Préparation de l'hydrolyse alcaline au CuO :

- 1- Introduire dans le container en téflon 50 à 250 mg de matière, selon la teneur en carbone organique ;
- 2- Y ajouter 1g de CuO et entre 50 et 100 mg d'hexasulfate ammoniacal de ferII ($\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$).
- 3- Installer la boîte à gant, y placer un plateau rigide sur lequel on dispose :
 - a) les bombes munies d'un barreau aimanté ;
 - b) une seringue de 10 ml ;
 - c) un bécher contenant une solution (100 à 120 ml) de soude 2N préalablement désoxygénée sous un courant d' N_2 .
- 4- Renouveler plusieurs fois sous courant d' N_2 , l'atmosphère de la boîte à gant. La sceller et maintenir sous N_2 pendant 2h.
- 5- Apporter 7,5 ml de soude 2N dans le container, homogénéiser avec un agitateur magnétique. Fermer la bombe.
- 6- Sceller vigoureusement le couvercle de la bombe.
- 7- Maintenir 4h à l'étuve à 170 °C.

Extraction par l'éther :

- 1- Refroidissement rapide de la bombe sous eau courante ;
- 2- Ajout de 0,5 ml de la solution 0,0001 M de standard interne. Agiter.
- 3- Récupérer le sédiment à l'aide d'un jet de NaOH N distribué par une seringue et centrifuger. Laver les culots de centrifugation deux fois avec 7,5 ml de NaOH N. Regrouper la solution et les eaux de lavages dans un erlenmeyer de 200-250 ml.

- 4- Acidifier la liqueur à pH 1 par HCl 6N. Un précipité d'acides humiques se forme. Centrifuger et écarter le culot. La solution est placée dans des erlenmeyers.
- 5- Préparation de l'éther : destruction des peroxydes.
 - 5.1- Préparer 200 ml d'une solution saturée de sel de Mohr (35 g pour 100 ml).
 - 5.2- Placer dans une fiole à décanter de 250 ml, deux volumes d'éther (120 ml) et un volume de la solution de sel de Mohr.
 - 5.3- Agiter la fiole en ouvrant le robinet de temps en temps. Vidanger et jeter la solution de sel de Mohr.
 - 5.4- Conditionner de cette façon un volume suffisant d'éther pour satisfaire l'extraction : on a besoin de 60 ml par échantillon traité. Un volume de 425 à 450 ml convient.
- 6- Extraction par l'éther déperoxydée :
 - 6.1- Dans une fiole à décanter, ajouter 20 ml d'éther, puis l'échantillon, agiter et décanter.
 - 6.2- Recueillir l'échantillon dans l'erlenmeyer ;
 - 6.3- Recueillir la phase éther dans un ballon à évaporer à fond rond de 100 ml ;
 - 6.4- Recommencer deux fois le cycle 6.1 à 6.3.

Préparation des phénols :

- 1- Evaporer avec un évaporateur rotatif ($t^{\circ} = 40^{\circ}\text{C}$), l'éther des ballons à fond rond.
- 2- Introduire 5 ml de méthanol dans le ballon d'évaporation afin de dissoudre le dépôt sec.
- 3- Monter un filtre de 22 μm sur une seringue de 10 ml. Laver l'ensemble avec un peu de méthanol.
- 4- Verser le contenu méthanolique du ballon dans le corps de la seringue et filtrer au-dessus d'un tube à penicilline de 15 ml. Sertir le flacon.
- 5- Traiter à l'azote.

Remarques :

- Acidifier la phase alcalino-soluble : 4 ml d'HCl 6N. Le pH devient =1.5
- Solution de sel de Mohr pour 8 échantillons : 300 ml d'eau + 105 g de sel.
- Pour 8 échantillons : préparer 600 ml d'éther déperoxydé.

Protocoles expérimentaux des différents traitements appliqués

a- Elimination d'éventuels carbonates et/ou d'entités acidosolubles par attaque acide douce (HCl)

acide : HCl 37 %

1^{er} essai (2/03/04)

Echantillon broyé à 250 µm, séché à l'air.

Profil PAT 2

- 0-10 cm 2,61 g
- 30-40 cm 2,6 g
- 80-90 cm 2,66 g
- 150-160 cm 2,60 g

ajout de 50 ml HCl (37 %)

laisse agir pendant 30 min

rinçages et centrifugation 6 fois

mis à sécher à 40 °C à l'étuve

Broyé pour analyse.

2^{ème} essai (27/05/04)

Echantillon broyé à 250 µm, séché à l'air.

Profil PAT 2

- 0-10 cm 5,03 g
- 30-40 cm 4,10 g
- 80-90 cm 5,03 g
- 150-160 cm 5,01 g

laisse agir pendant 1h

rinçages et centrifugation 6 fois

mis à sécher à 40 °C à l'étuve

Broyé pour analyse.

b- Elimination du fer et de l'aluminium dans le but de déstabiliser les liaisons possibles entre oxydes, kaolinite et matières organiques (traitement au dithionite de Na)

Dithionite de Na : NaS₂O₄ (ou hydrosulfite de Na) à 75 %.

(5/04/04)

Echantillon séché à l'air broyé à 1mm pour CER 1 et 250 µm pour PAT 2 mis dans un tube à centrifugation de 100 mL. On fait une répétition pour chaque échantillon.

- CER 1, 0-10 cm, 2 g
- CER 1, 150-160 cm, 2 g
- PAT 2, 0-10 cm, 3 g
- PAT 2, 150-160 cm, 3 g

Agitation magnétique + chauffage au bain-marie (100 °C) pendant environ 1h

rinçages et centrifugation 6 à 8 fois

mis à sécher à 40 °C à l'étuve

Broyé pour analyse.

c- Dispersion du sol et dissolution des substances humiques (extraction à NaOH 0,1N)

NaOH 0,1 N

(17/05/04)

Echantillon broyé à 250 µm, séché à l'air.

Profil PAT 2, échantillons de 500 mg dans des tubes en verre avec bouchon de 10 ml, pour les profondeurs : 0-10, 30-40, 80-90 et 150-160 cm. On fait une répétition à chaque échantillon.

On met 10 ml de réactif NaOH 0.1 N

Agitation par retournement pendant 1h

rinçages et centrifugation 5 à 6 fois

mis à sécher à 40 °C à l'étuve

Broyé pour analyse.

d- Destruction de la matrice minérale (attaque acide forte HF-HCl)**Principe**

L'étude pétrographique de la matière organique d'un sédiment ou d'un sol implique une description qualitative et quantitative du contenu organique dans sa totalité.

Pour cela, la matière organique est isolée des composants minéraux par attaques acides à chaud, puis observée en microscopie photonique entre lame et lamelle.

Préparation des lames

- Traitement mécanique :

Tamissage à 2 mm max, à 250 µm meilleurs résultats.

- Attaques chimiques et traitements ultérieurs :

D'après l'IFP (Durand et Nicaise, 1980)

○ Attaque à l'acide chlorhydrique 36 %

Uniquement pour les échantillons carbonatés, et à chaud en présence de dolomie.

- placer 10 g d'échantillon broyé dans un pot en téflon,
- ajouter 50 mL d'HCl,
- dans notre cas, pas de réaction observée,
- rinçage : eau permutée en excès et laisser décanter 1h30
- éliminer le surnageant, mais récupérer les racines flottantes.

○ Attaque à l'acide fluorhydrique 50 %

L'HF va dissoudre la silice et les silicates en formant des fluorosilicates

- ajouter 50 mL d'HF

Remarque : la réaction est exothermique instantannément.

- fermer les pots, les placer dans un bain de sable à environ 40 °C, et laisser environ 1 h, puis éteindre le chauffage, et laisser attaquer toute la nuit
- le lendemain, ajouter de l'eau permutée en excès, laisser décanter ½ h et éliminer le surnageant tout en conservant les racines flottantes.

○ Attaque à l'acide chlorhydrique 36 %

L'HCl va dissoudre les fluorosilicates précédemment formés.

- ajouter 50mL d'HCl et laisser agir ½ h
- ajouter de l'eau permutée et laisser décanter ½ h

- Tamisage
 - tamiser à 125µm (et jeter le 1^{er} passage clair)
 - écraser le matériau avec le doigt sur le tamis pour faire passer le maximum de chose. On garde ce qui est passé et on le met dans un tube à centrifuger.
 - centrifuger à 1500 trs/min pendant 3 à 5 min
 - transvaser dans des plus petits tube à centrifuger
 - faire plusieurs rinçages (5 à 6) + centrifuge, jusqu'à ce que le pH soit plus élevé (teinte jaune orangé)
 - éliminer le plus d'eau possible et transvaser l'échantillon (grâce à une petite pipette en verre jetable) dans un petit pilulier en verre étiqueté à conserver au frais (pour la préparation des lames) ou séchés à 40 °C (pour analyses).
- Montage des lames pour les observations et les comptages (voir plus loin)
 - placer 1 goutte de cellozise sur la lamelle
 - ajouter 10 µL d'échantillon préparé ((1) pour lame totale, (2) pour lame résiduelle)
 - mélanger et bien répartir sur la lamelle avec une plume (acier)
 - faire sécher la lamelle sur la table chauffante
 - mettre une grosse goutte d'élvacite (colle) sur la lame porte objet, bien répartir
 - coller la lamelle en évitant au maximum les bulles d'air et laisser sécher à l'air.

Essai de comptage de la MO figurée à partir des concentrés obtenus après destruction de la matrice minérale (Attaque HCL+HF) : étude des palynofaciès.

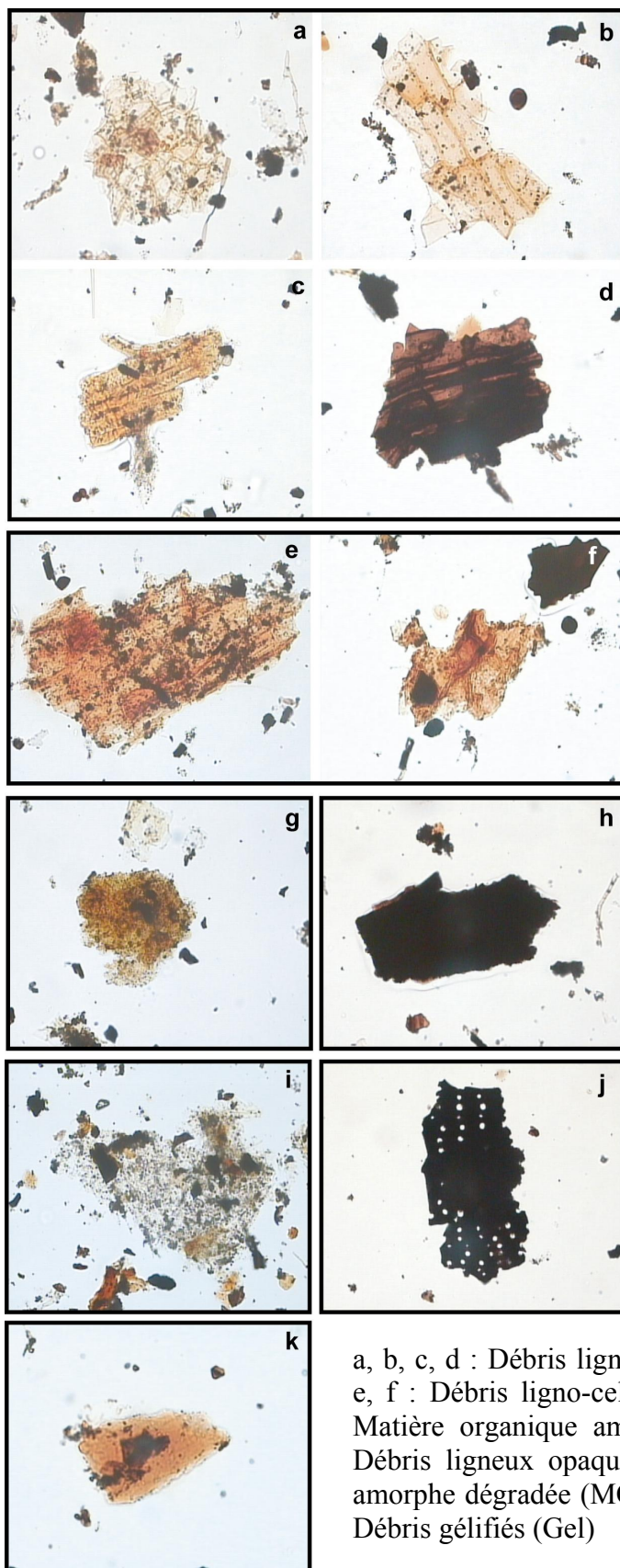


Figure IV-1 : Classification des palynofaciès.

a, b, c, d : Débris ligno-cellulosiques préservés (LCP) ;
 e, f : Débris ligno-cellulosiques dégradés (LCD) ; g :
 Matière organique amorphe rougeâtre (MOAR) ; h :
 Débris ligneux opaques (LO) ; i : Matière organique
 amorphe dégradée (MOAD) ; j : Pyrofusinite (Pyr) ; k :
 Débris gélifiés (Gel)

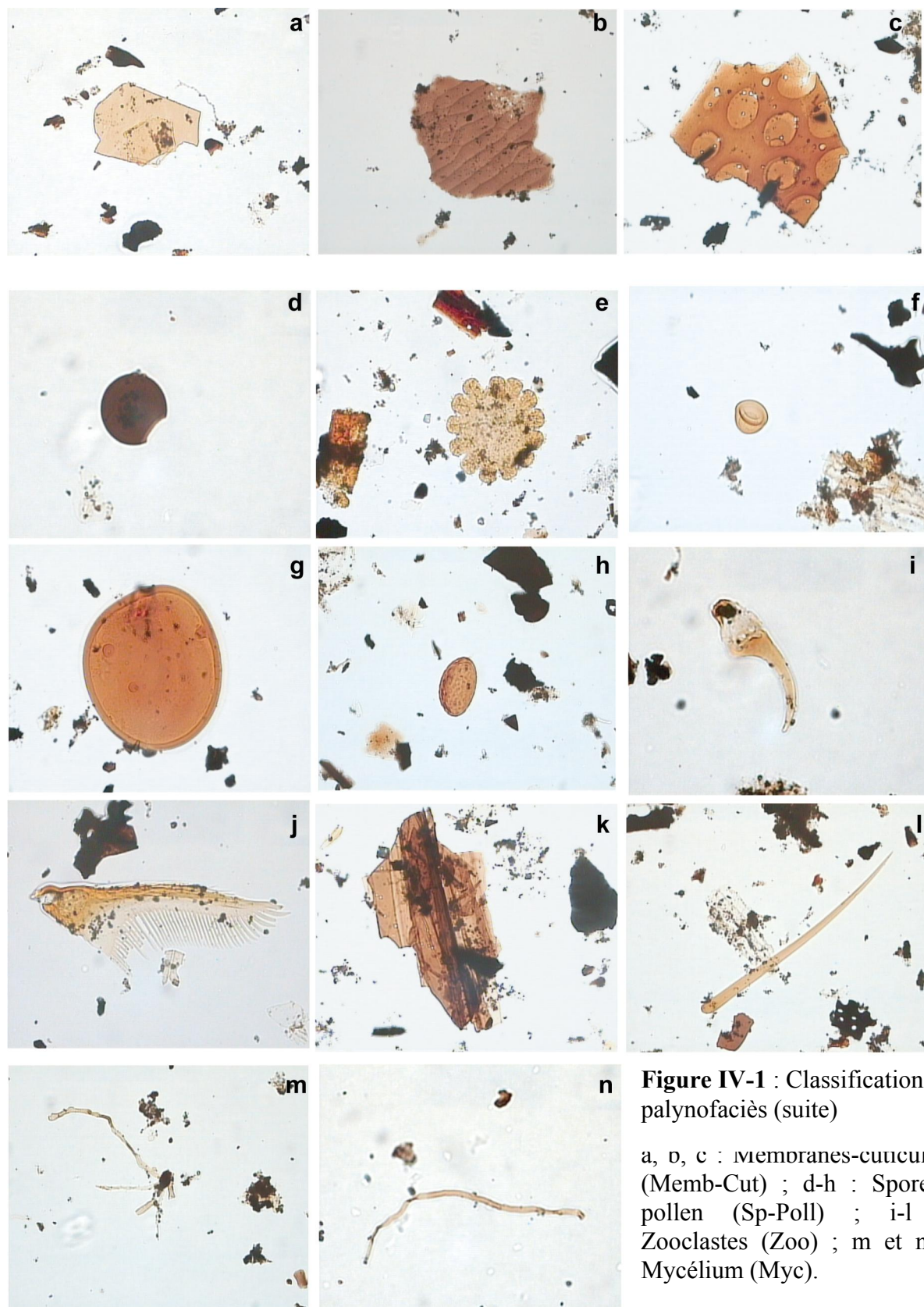
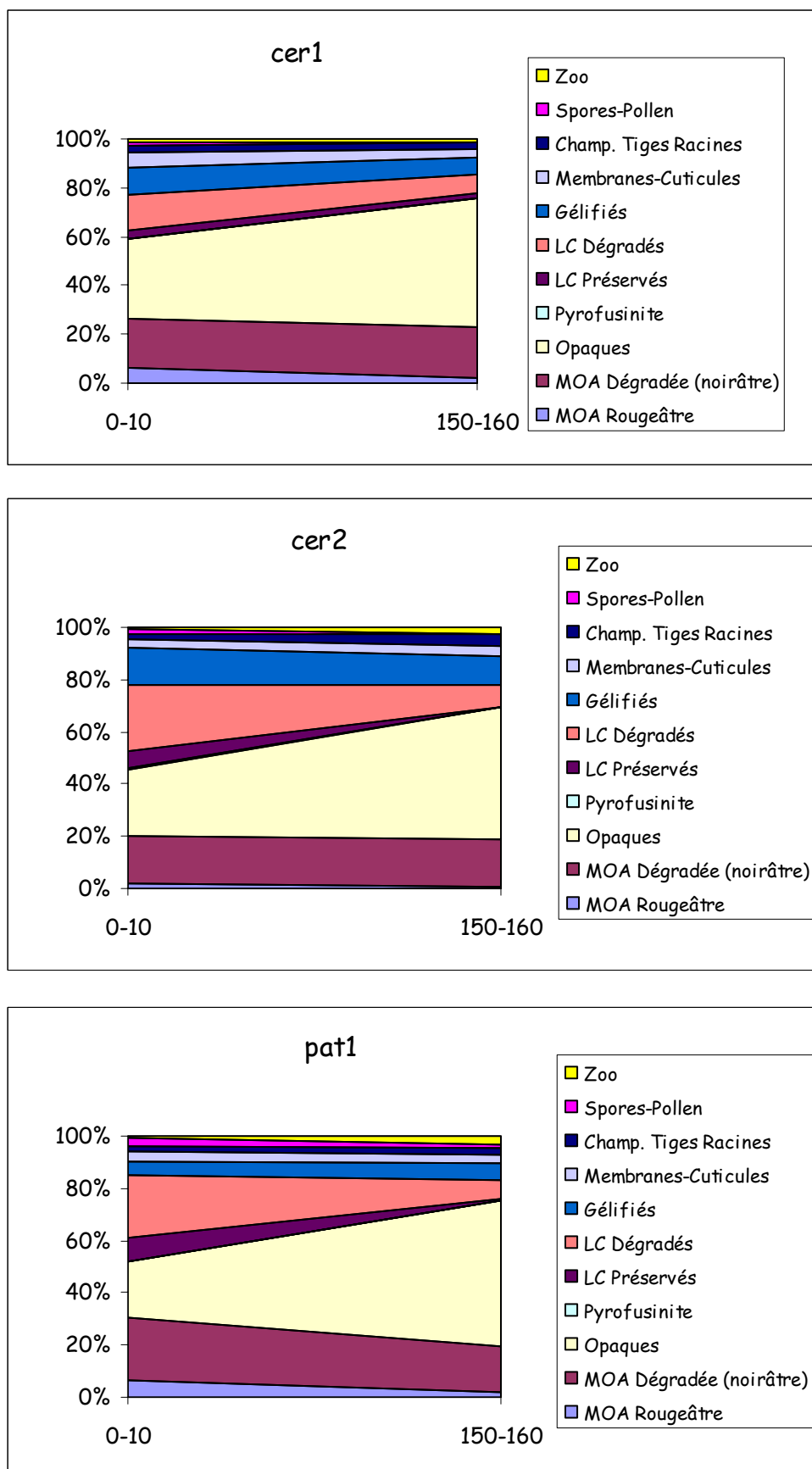
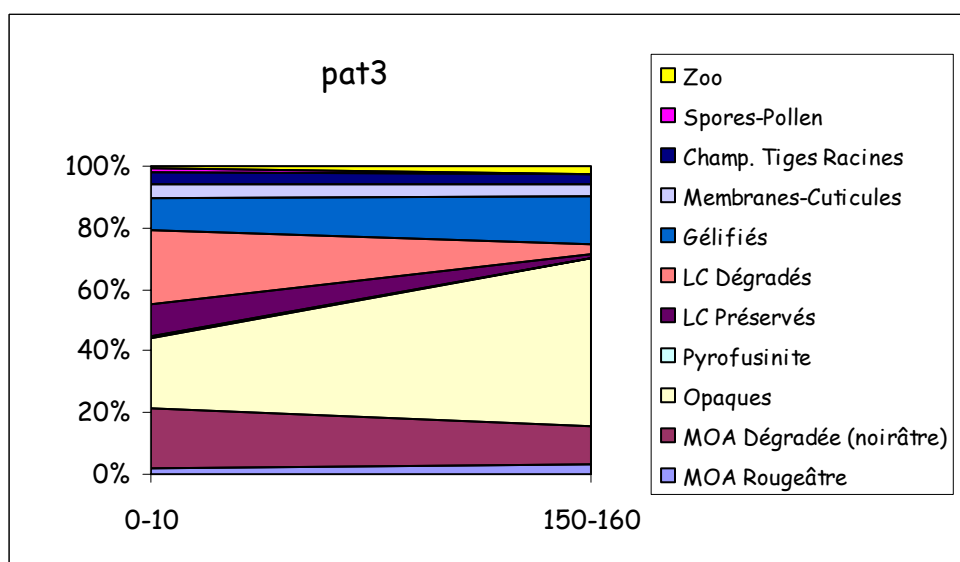
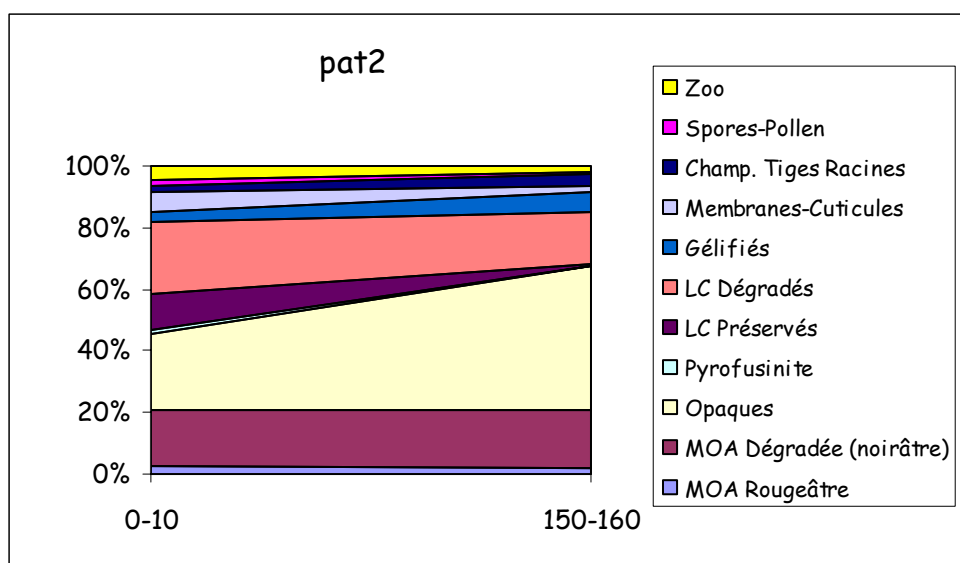


Figure IV-1 : Classification des palynofaciès (suite)

a, b, c : Membranes-cuticules (Memb-Cut) ; d-h : Spores-pollen (Sp-Poll) ; i-l : Zooclastes (Zoo) ; m et n : Mycélium (Myc).

Figure IV-2 : Résultats des comptages pour chaque profil de sol.

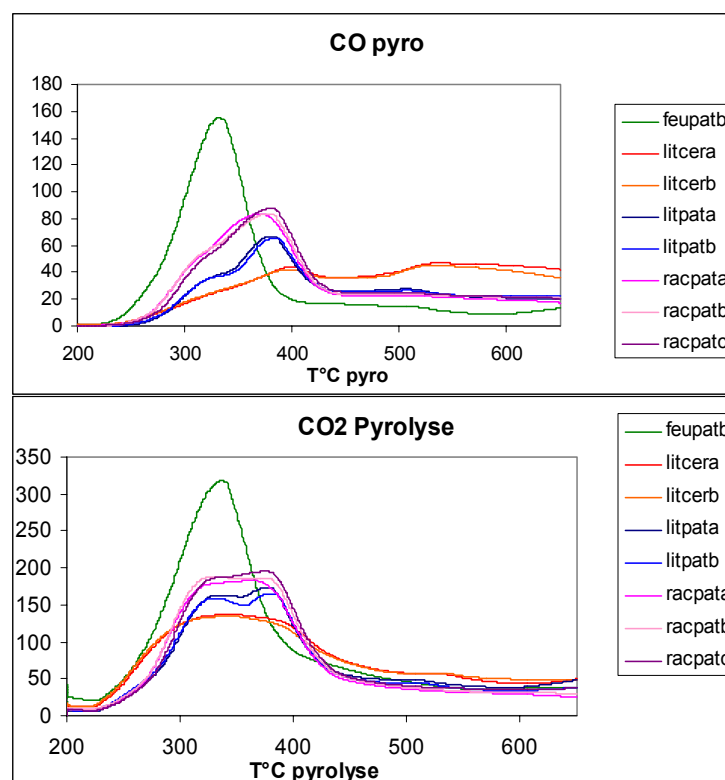




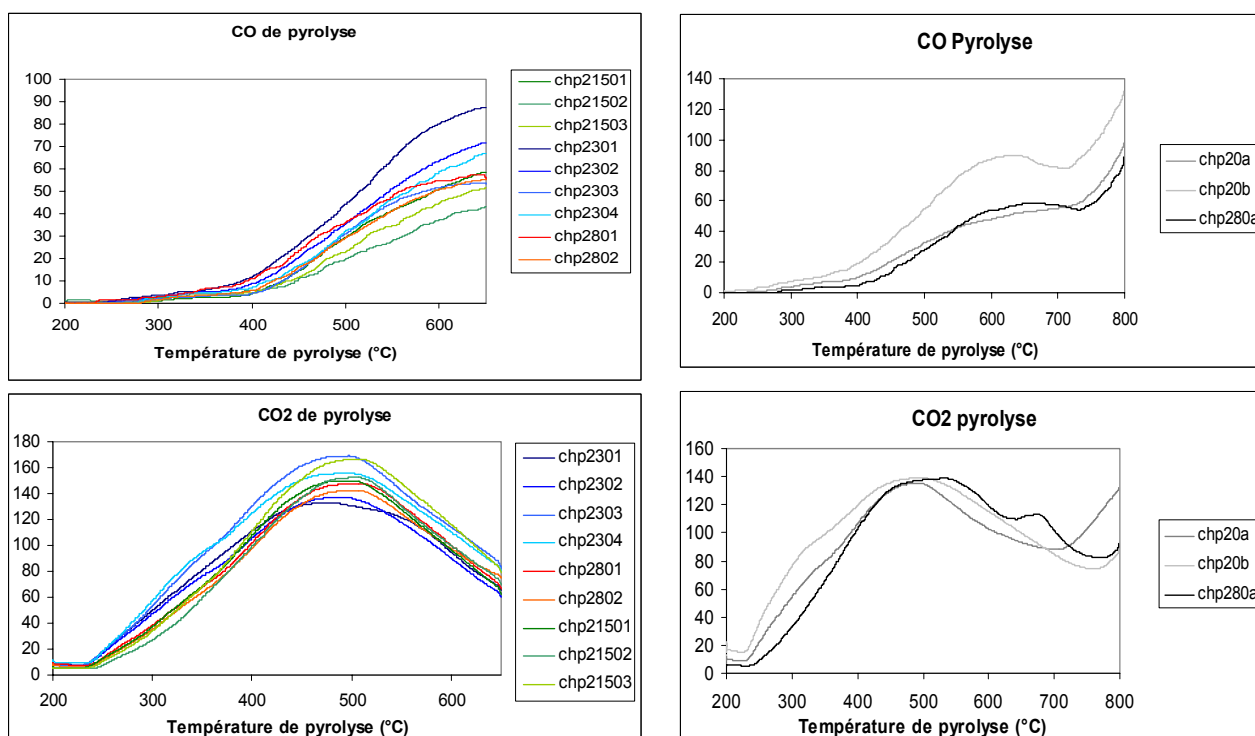
Données complémentaires

Figure IV-3 : Courbes de CO et CO₂ obtenues au Rock-Eval 6 lors de la pyrolyse.

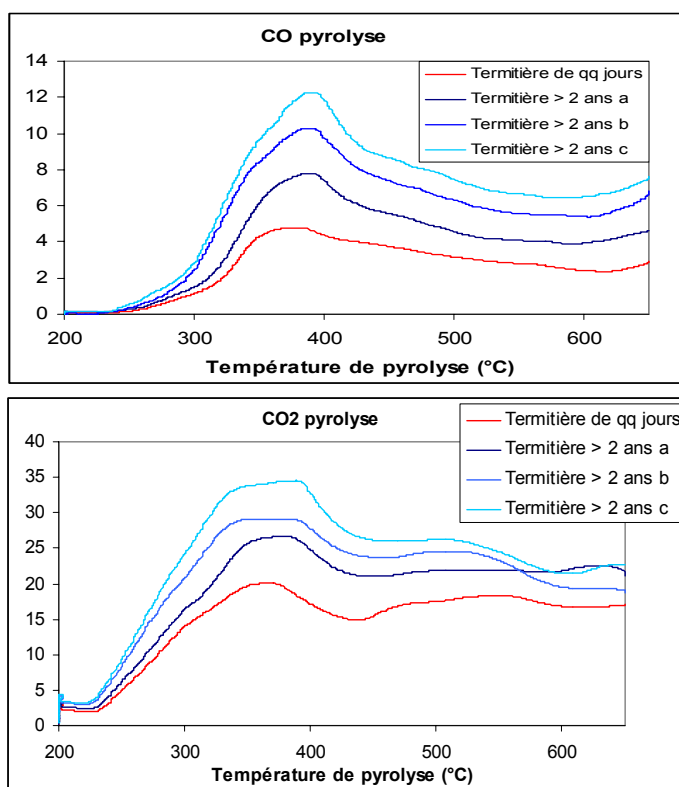
Pour les végétaux



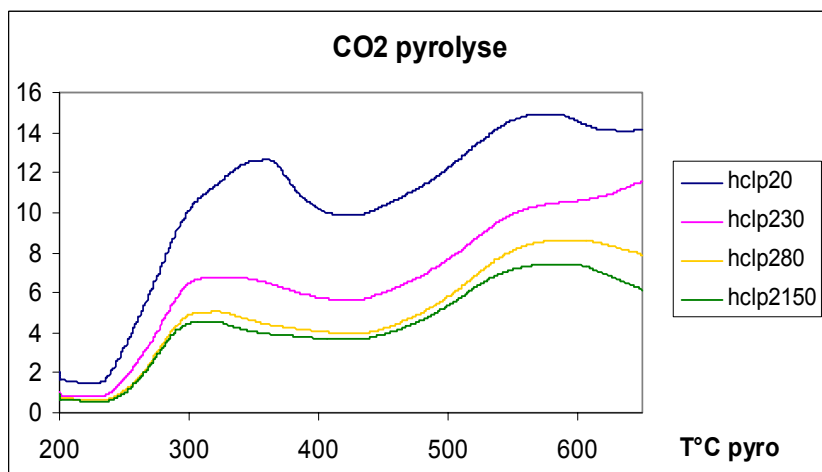
Pour les charbons de bois



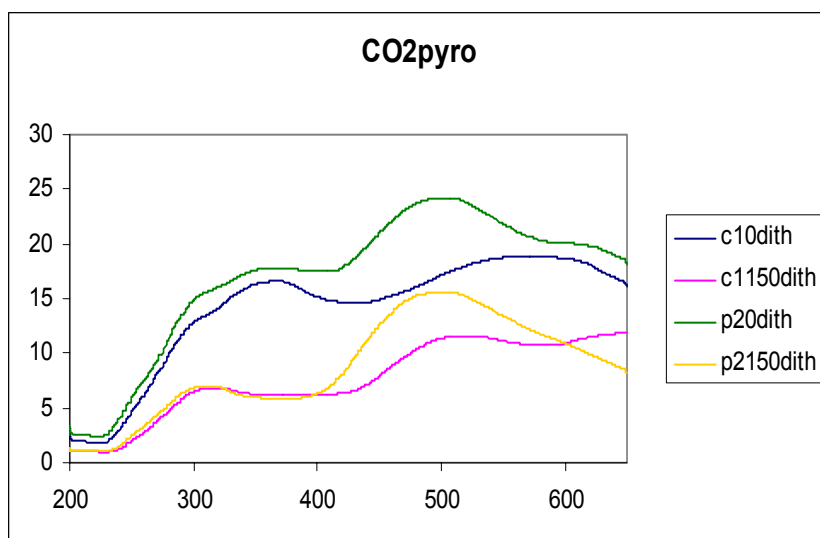
Pour les termitières



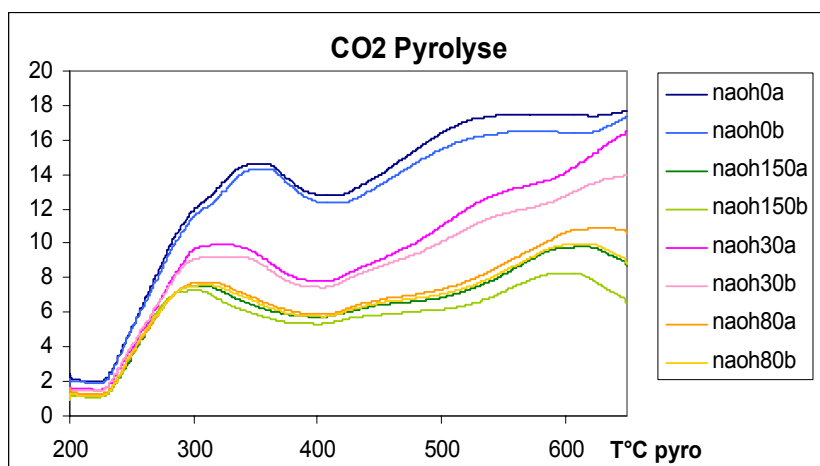
Après attaque HCl



Après ajout de dithionite de Na



Après ajout de NaOH



Après attaque HCL+HF

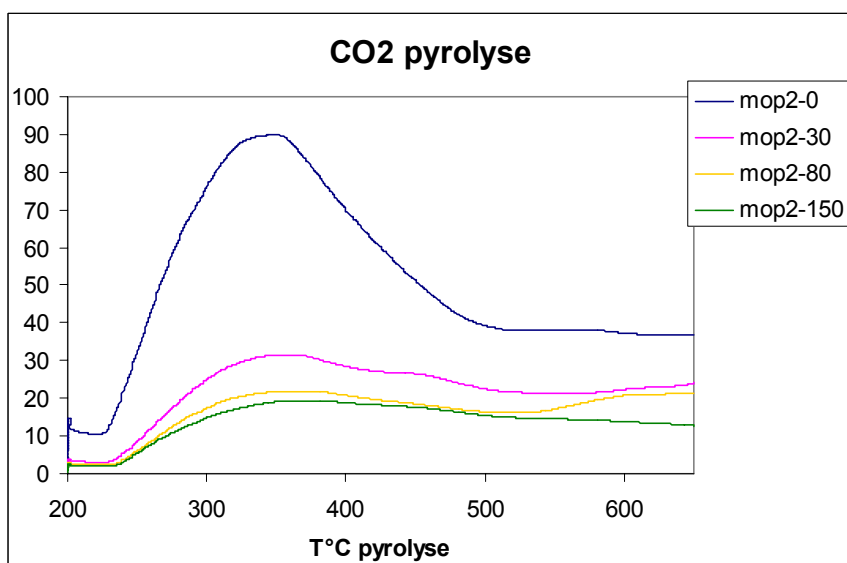


Tableau IV-1 : Résultats obtenus au Rock-Eval 6 avec une programmation différente pour les profils de sols CER 1 et PAT 2.

Echantillon	Profondeur (cm)	TpS2	COT	CMIN	IH	IO
		°C	%	mg/g COT		
cer1055	55	558	0,35	0,51	206	1114
cer1065	65	557	0,44	0,27	177	750
cer1075	75	564	0,32	0,51	222	969
cer1085	85	532	0,35	0,3	174	1029
cer1105	105	543	0,32	0,27	191	1000
cer1115	115	541	0,26	0,41	154	1577
cer1125	125	547	0,23	0,23	209	1348
cer1135	135	557	0,27	0,33	159	1185
cer1145	145	554	0,25	0,34	196	1080
pat2055	55	548	0,47	0,79	164	809
pat2065	65	550	0,29	0,94	262	1138
pat2075	75	542	0,36	0,72	186	1139
pat2085	85	546	0,3	0,28	150	1233
pat2105	105	558	0,27	0,28	152	1370
pat2115	115	569	0,31	0,27	245	1000
pat2125	125	559	0,22	0,24	391	1455
pat2135	135	559	0,21	0,46	252	1429
pat2145	145	422	0,27	0,43	304	1481

Tableau IV-2 : Résultats complets des analyses effectuées au LECO pour les 5 profils de sol.

CER 1				
Profondeurs (cm)	poids de l'échantillon (en g)	%C	% N	C/N
0 à 10	1,00	2,42	0,13	18,53
10 à 20	1,00	1,55	0,09	16,84
20 à 30	1,00	1,46	0,07	20,25
30 à 40	1,00	1,24	0,16	7,54
40 à 50	1,00	1,00	0,07	13,92
50 à 60	1,00	0,83	0,04	19,83
60 à 70	1,00	0,78	0,03	26,13
70 à 80	1,02	0,74	0,03	22,02
80 à 90	2,00	0,73	0,04	20,60
90 à 100	2,01	0,67	0,03	20,03
100 à 110	2,01	0,66	0,04	18,71
110 à 120	2,01	0,61	0,03	20,29
120 à 130	2,01	0,56	0,03	19,10
130 à 140	2,00	0,58	0,03	17,15
140 à 150	2,00	0,55	0,03	16,44
150 à 160	2,01	0,51	0,02	26,01
160 à 170	2,00	0,56	0,02	27,99
170 à 180	2,01	0,57	0,02	24,48

CER 2				
Profondeurs (cm)	poids de l'échantillon (en g)	%C	% N	C/N
0 à 10	2,00	3,02	0,17	17,39
10 à 20	2,01	2,02	0,12	16,79
20 à 30	2,01	1,80	0,10	17,74
30 à 40	2,00	1,56	0,08	18,60
40 à 50	2,01	1,46	0,08	18,04
50 à 60	2,00	1,12	0,06	17,72
60 à 70	2,00	0,93	0,05	20,17
70 à 80	2,01	0,88	0,04	23,50
80 à 90	2,00	0,84	0,04	23,05
90 à 100	2,00	0,78	0,03	23,83
100 à 110	2,00	0,72	0,03	26,07
110 à 120	2,01	0,67	0,03	26,27
120 à 130	2,01	0,68	0,03	24,51
130 à 140	2,00	0,64	0,03	25,25
140 à 150	1,00	0,60	0,00	-
150 à 160	1,01	0,57	0,00	138,94
160 à 170	1,00	0,55	0,00	110,66
170 à 180	1,01	0,52	0,01	39,49

PAT 1

Profondeurs (cm)	poids de l'échantillon (en g)	%C	% N	C/N
0 à 10	1,01	2,41	0,14	17,52
10 à 20	1,00	1,54	0,08	19,47
20 à 30	1,01	1,31	0,06	20,42
30 à 40	1,01	1,15	0,05	22,30
40 à 50	1,00	1,10	0,05	22,45
50 à 60	1,00	0,98	0,04	22,45
60 à 70	1,00	0,91	0,04	23,20
70 à 80	1,00	0,77	0,03	23,14
80 à 90	1,00	0,60	0,04	16,31
90 à 100	1,01	0,59	0,04	16,29
100 à 110	1,01	0,57	0,03	16,63
110 à 120	1,00	0,54	0,03	17,42
120 à 130	1,01	0,50	0,03	14,99
130 à 140	1,00	0,50	0,03	18,82
140 à 150	1,00	0,51	0,04	13,75
150 à 160	1,00	0,46	0,03	16,14
160 à 170	1,00	0,48	0,03	15,97

PAT 2

Profondeurs (cm)	poids de l'échantillon (en g)	%C	% N	C/N
0 à 10	1,01	2,35	0,13	18,41
10 à 20	1,01	2,02	0,10	20,43
20 à 30	1,00	1,32	0,05	26,51
30 à 40	1,00	1,14	0,04	25,42
40 à 50	1,01	1,01	0,04	26,63
50 à 60	1,00	0,92	0,04	24,23
60 à 70	0,88	0,76	0,03	29,04
70 à 80	1,01	0,73	0,02	38,33
80 à 90	1,00	0,66	0,01	49,48
90 à 100	1,01	0,63	0,01	51,76
100 à 110	1,00	0,58	0,02	31,26
110 à 120	1,00	0,63	0,02	32,49
120 à 130	1,01	0,59	0,01	47,00
130 à 140	1,01	0,78	0,02	31,27
140 à 150	1,00	0,50	0,01	71,59
150 à 160	1,01	0,47	0,00	152,71
160 à 170	1,01	0,42	0,00	-
170 à 180	1,00	0,46	0,00	585,06

PAT 3				
Profondeurs (cm)	poids de l'échantillon (en g)	%C	% N	C/N
0 à 10	1,00	2,36	0,16	14,53
10 à 20	1,00	2,28	0,16	14,72
20 à 30	1,00	1,46	0,10	15,03
30 à 40	1,00	1,12	0,07	16,02
40 à 50	1,01	0,98	0,06	15,52
50 à 60	1,00	0,90	0,06	15,60
60 à 70	1,01	0,77	0,05	16,12
70 à 80	1,01	0,67	0,04	16,01
80 à 90	1,00	0,67	0,04	16,38
90 à 100	1,00	0,60	0,03	18,17
100 à 110	1,01	0,52	0,03	18,98
110 à 120	1,01	0,52	0,03	19,15
120 à 130	1,00	0,46	0,02	19,44
130 à 140	1,01	0,49	0,03	17,30
140 à 150	1,00	0,48	0,03	14,52
150 à 160	1,00	0,52	0,04	13,36
160 à 170	1,00	0,49	0,02	20,22
170 à 180	1,00	0,47	0,03	18,29

Tableau VI-3 : Analyse du carbone organique par la méthode Walkley et Black (1934) réalisée au laboratoire de l'EMBRAPA CPAC (Brésil) par Maria Inês Lopes de Oliveira. Les résultats sont exprimés en %.

Profondeur (cm)	CER 1	CER 2	PAT 1	PAT 2	PAT 3
0 à 10	1,91	2,23	2,00	2,18	1,82
10 à 20	1,55	1,58	1,37	1,73	1,64
20 à 30	1,10	1,55	1,10	1,19	1,28
30 à 40	1,07	1,19	1,07	0,92	1,02
40 à 50	0,81	1,19	0,92	0,89	0,86
50 à 60	0,71	0,86	0,77	0,81	0,71
60 à 70	0,60	0,77	0,77	0,77	0,63
70 à 80	0,60	0,71	0,68	0,66	0,57
80 à 90	0,57	0,68	0,50	0,60	0,50
90 à 100	0,53	0,63	0,45	0,45	0,48
100 à 110	0,53	0,60	0,48	0,45	0,48
110 à 120	0,50	0,57	0,39	0,45	0,42
120 à 130	0,45	0,57	0,39	0,42	0,39
130 à 140	0,50	0,48	0,32	0,45	0,39
140 à 150	0,45	0,48	0,39	0,42	0,30
150 à 160	0,45	0,42	0,36	0,42	0,39
160 à 170	0,50	0,45	0,32	0,39	0,39
170 à 180	0,48	0,42		0,39	0,32

Quelques essais expérimentaux

Essai de quantification du carbone organique dissout (COD) des échantillons de sol du profil PAT 2 à différentes températures.

Profondeur (cm)	Masse (mg)	%C leco	mg C leco	Σ mg C fractions	% C dissout dans l'eau		% C dissout dans HNO ₃ 0,1N		% C dissout dans NaOH 0,1N		% C restant dans le culot lors de la dissolution dans NaOH 0,1 N		% C du résidu	
					mg C leco	Σ mg C fractions	mg C leco	Σ mg C fractions	mg C leco	Σ mg C fractions	mg C leco	Σ mg C fractions	mg C leco	Σ mg C fractions
0-10	508	2,4	12,0	11,0	0,8	0,9	1,5	1,7	18	19	15	16	57	62
30-40	501	1,1	5,7	6,5	2,5	2,2	2,1	1,8	24	21	29	26	56	49
80-90	503	0,7	3,3	3,2	0,8	0,8	1,9	2,0	29	30	17	18	48	50
150-160	504	0,5	2,4	2,4	1,6	1,6	2,1	2,1	28	29	8	8	59	60

Tableau IV-4 : Extraction séquentielle du carbone organique (dans 10 ml de réactif pour 500 mg d'échantillon de sol séché à l'air et broyé à 250 µm) analysé au Leco et à l'analyseur de carbone organique (Shimadzu, TOC-5000 A).

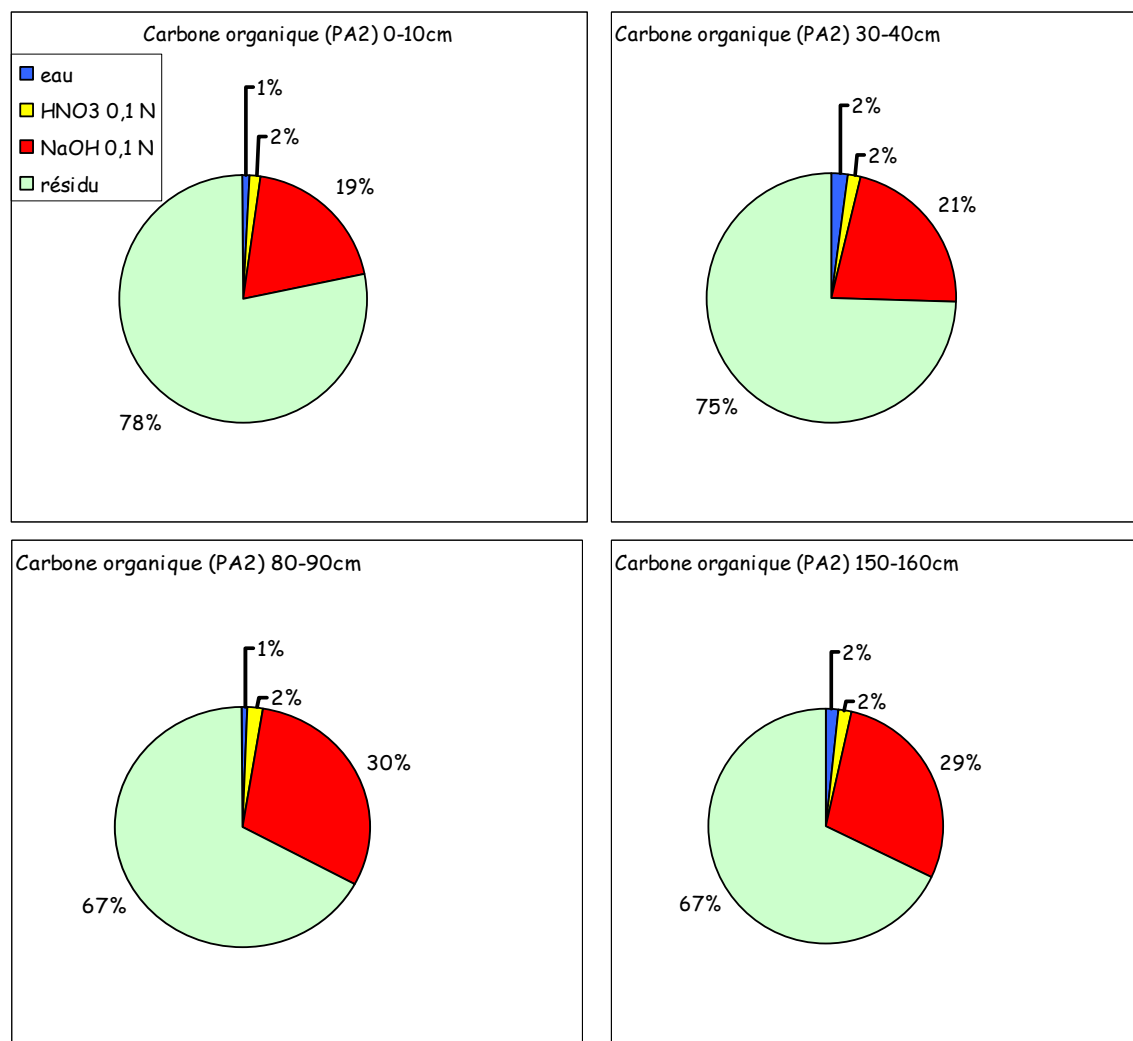


Figure IV-4 : Proportion de carbone organique soluble dans l'eau, dans l'acide nitrique et dans la soude, pour 4 horizons du profil PAT 2.

Mélange d'une matrice minérale avec des matières organiques « fraîches ».

Méthode :

Nous avons passé un échantillon de sol pauvre en matière organique (profil Pat 2, prélevé entre 150-160 cm de profondeur) en pyrolyse Rock-Eval afin d'en détruire la matière organique et de n'avoir plus qu'une matrice minérale MM (peut-être un peu modifiée par la pyrolyse). Nous avons alors mélangé ce résidu MM à une petite quantité de litière de pâturage (litpata ou litpatb), puis analysé ce mélange au Rock-Eval. Le but étant ici de savoir si un effet de matrice minérale se produit lorsque l'on mélange les composés du sol.

Résultats-discussion :

Les données sont synthétisées dans le tableau suivant :

Echantillon	nature	TpS2	TOC	MINC	IH	OI
		°C	%		mg/g de COT	
p2150a	sol	559	0,3	0,3	163	1167
p2150b	sol	557	0,2	0,2	182	1545
litpata	litière pâturage	362	35,3	1,9	502	109
litpatb	litière pâturage	366	35,9	1,7	524	108
mélange A*	mélange MM+litière	378	1,9	0,4	146	283
mélange B**	mélange MM+litière	381	1,1	0,3	112	327

Tableau IV-5 : Résultats de la pyrolyse Rock-Eval 6 des échantillons de sol prélevés dans le profil PAT 2 entre 150-160 cm, des échantillons le litière du pâturage et des mélanges de matrice minérale avec de la litière de pâturage.

*mélange A = 59,10 mg de p2150a pyrolysés, puis le MM obtenu est mélangé avec 3,1 mg de litière ;

** mélange B = 62,7 mg de p2150b pyrolysés, puis le MM obtenu est mélangé avec 2 mg de litière.

D'après la **figure IV-5**, on peut voir que :

- la composante vers 310 °C de la litière ne se retrouve pas dans le signal du mélange ; soit elle a disparu, soit elle s'est déplacée vers des températures de pyrolyse plus élevées ;
- la composante vers 365 °C de la litière semble s'être légèrement déplacée vers 380 °C dans le mélange ;
- mais surtout, pour le mélange, on observe la présence d'une composante vers les hautes températures, qui n'existe pas pour le signal de la litière, mais que nous avons déjà observé pour les sols et qui soulignait l'effet de matrice minérale décrit.

La nature des constituants responsables de cet effet de matrice minérale et son mécanisme doivent être étudiés plus précisément.

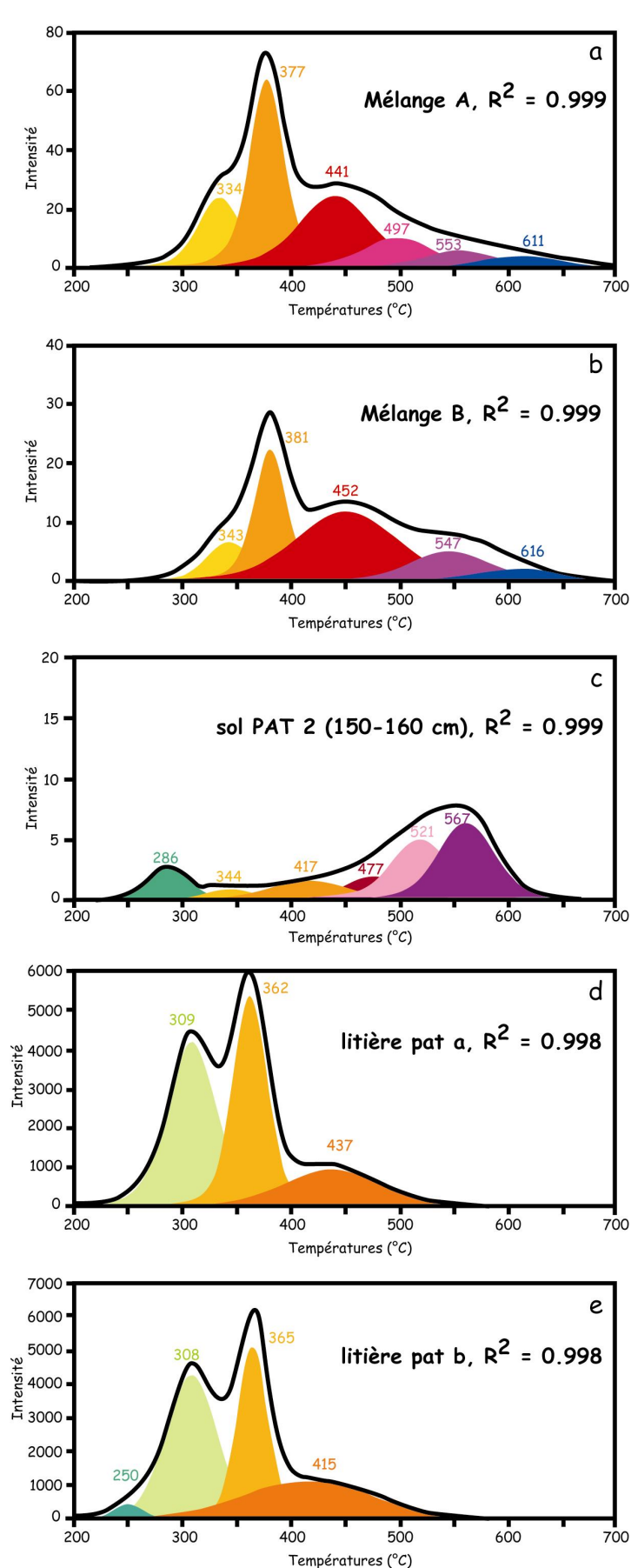


Figure IV-5 : Déconvolution des pics S2 a) et b) des mélanges A et B de matrice minérale avec de la litière de pâturage ; c) d'un échantillon de sol prélevés dans le profil PAT 2 entre 150-160 cm ; d) et e) des échantillons le litière du pâturage de *Brachiaria brizantha*, R^2 : coefficient de corrélation.

Annexe 5

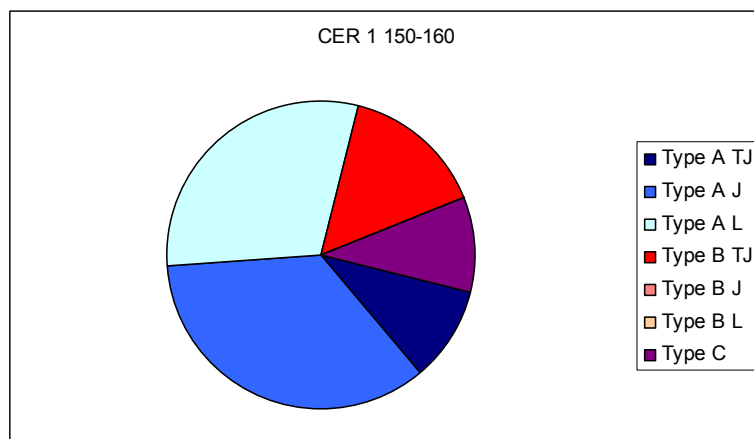
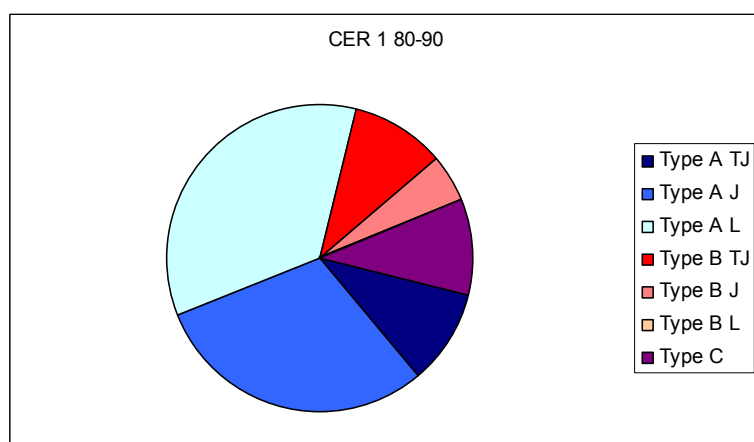
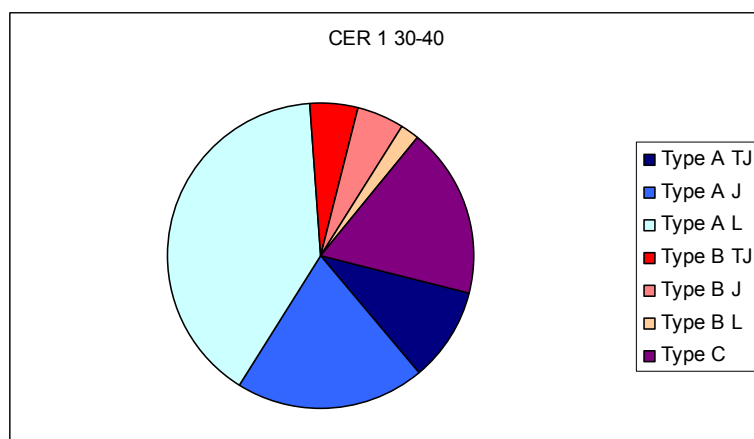
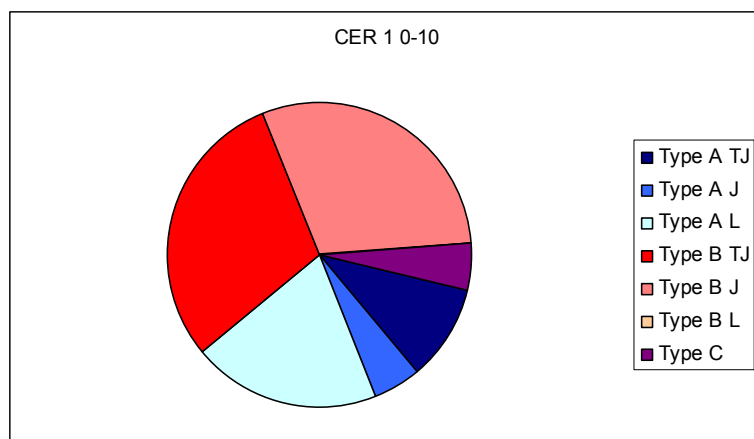
Essai de comptage des variations de mode d'assemblage en fonction du type de microagrégat, d'après la typologie établie lors de cette étude.

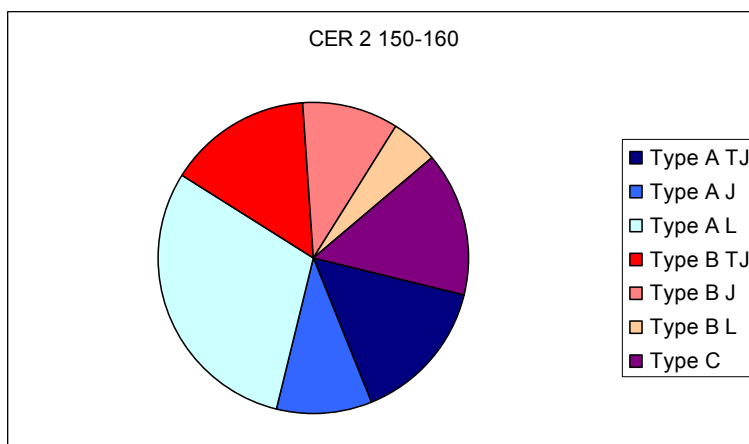
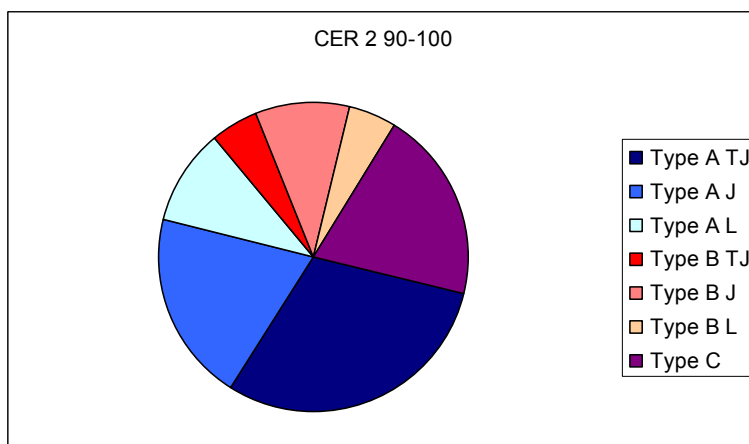
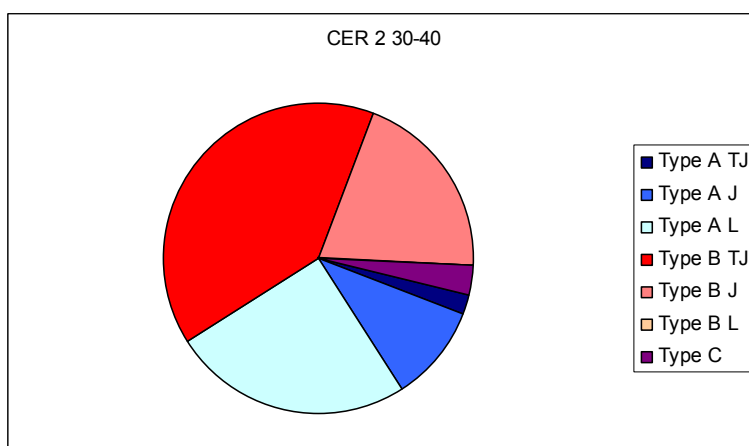
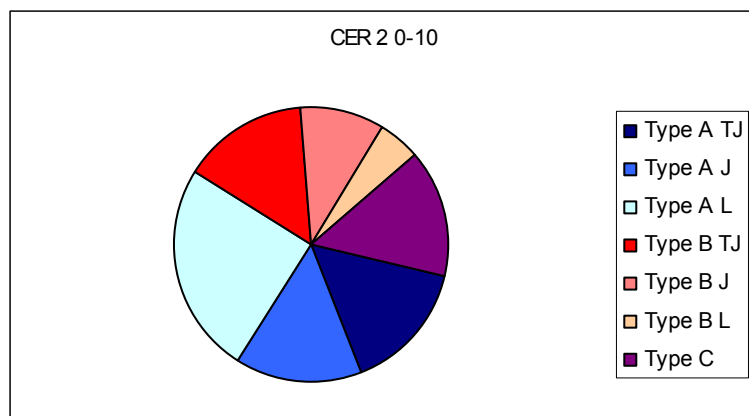
Les résultats sont illustrés par le tableau V-1 et les figures V-1 et V-2.

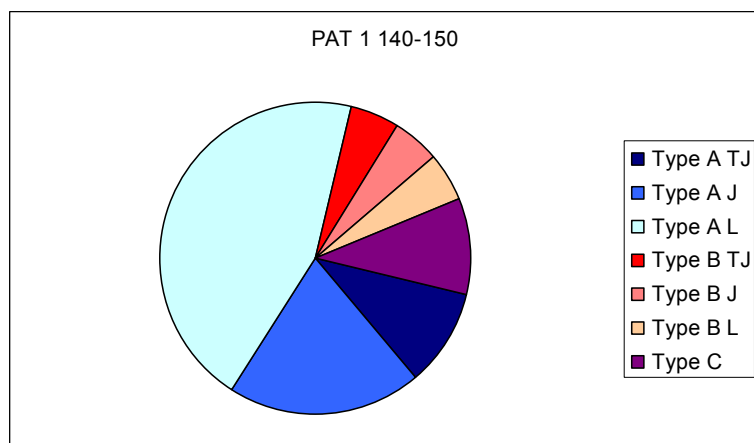
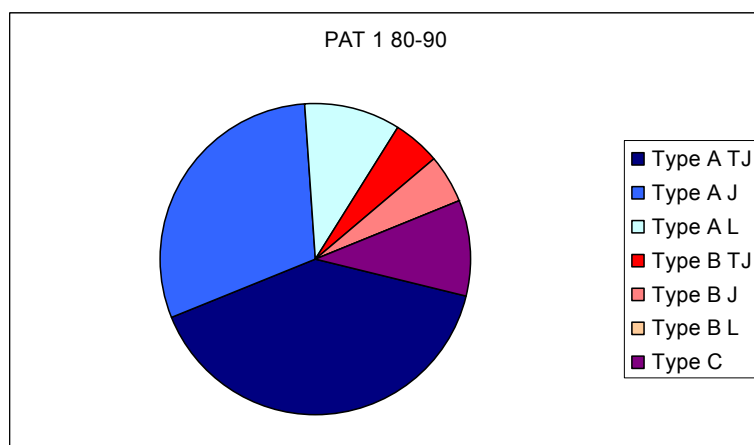
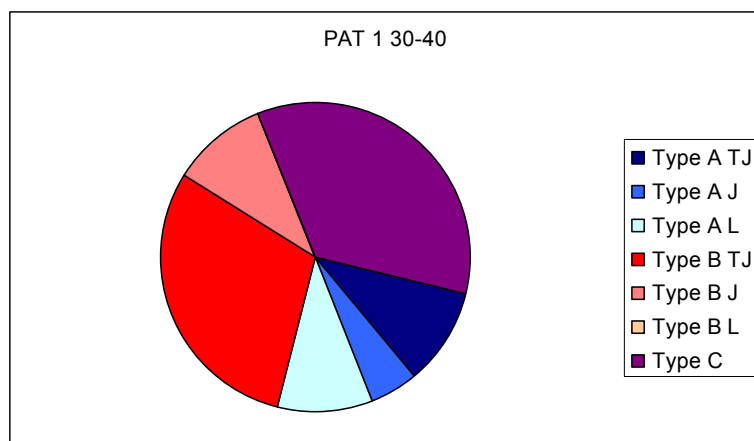
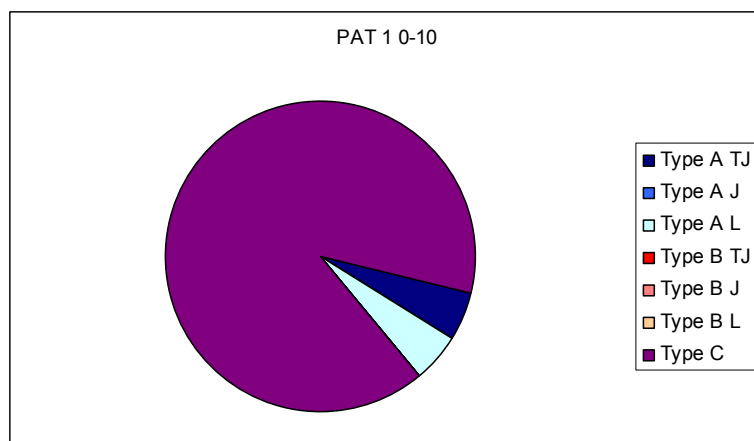
Lames	Type A			Type B			Type C	Total
	TJ	J	L	TJ	J	L		
CER 1 0-10	10	5	20	30	30	0	5	100
CER 1 30-40	10	20	40	5	5	2	18	100
CER 1 80-90	10	30	35	10	5	0	10	100
CER 1 150-160	10	35	30	15	0	0	10	100
CER 2 0-10	15	15	25	15	10	5	15	100
CER 2 30-40	2	10	25	40	20	0	3	100
CER 2 90-100	30	20	10	5	10	5	20	100
CER 2 150-160	15	10	30	15	10	5	15	100
PAT 1 0-10	5	0	5	0	0	0	90	100
PAT 1 30-40	10	5	10	30	10	0	35	100
PAT 1 80-90	40	30	10	5	5	0	10	100
PAT 1 140-150	10	20	45	5	5	5	10	100
PAT 2 0-10	20	15	5	25	25	0	10	100
PAT 2 30-40	15	20	40	10	10	0	5	100
PAT 2 80-90	20	30	15	15	10	0	10	100
PAT 2 150-160	10	50	10	20	0	0	10	100
PAT 3 0-10	40	30	1	15	5	1	8	100
PAT 3 30-40	10	60	12	1	10	2	5	100
PAT 3 80-90	10	40	25	5	10	5	5	100
PAT 3 150-160	5	70	10	10	0	0	5	100

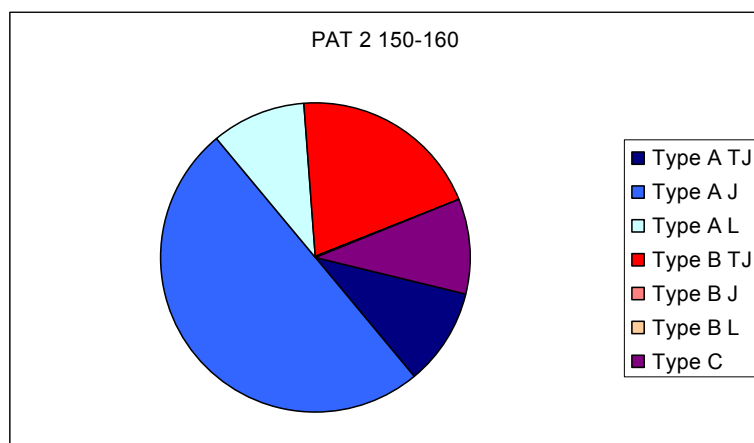
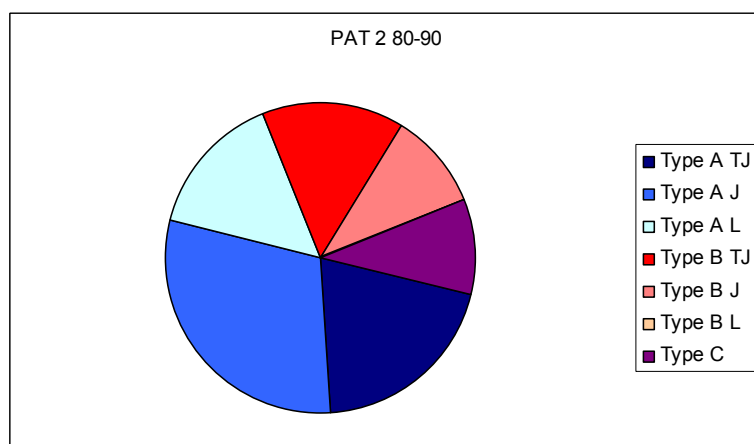
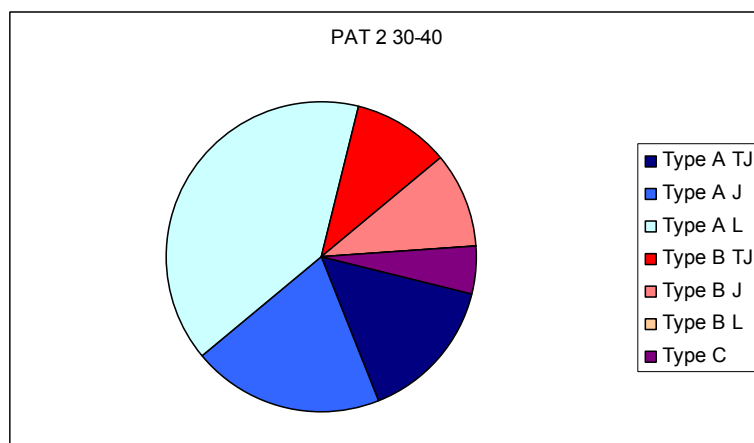
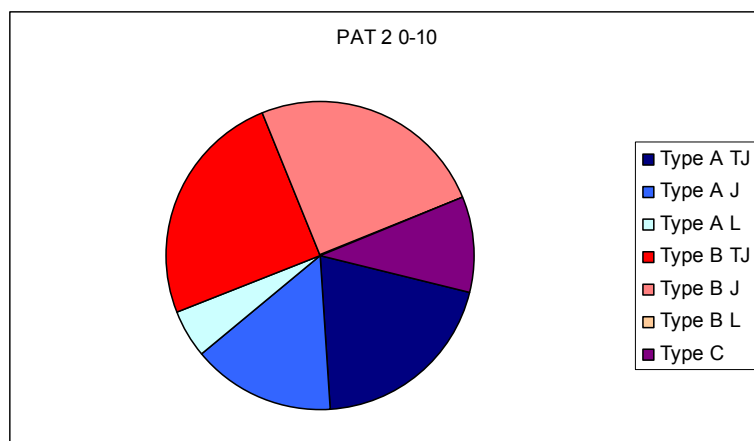
Tableau V-1 : Estimation des proportions (en %) des différents types d'assemblage (Très Jointif, Jointif, Lâche, Compact) en fonction du type de microagrégats (A ou B) par observation microscopique.

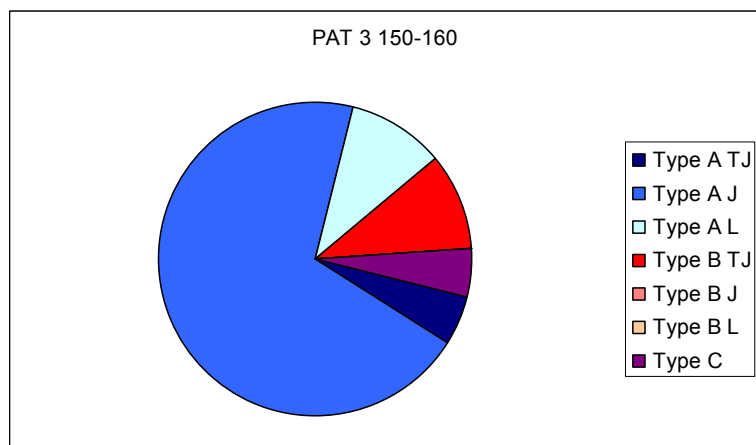
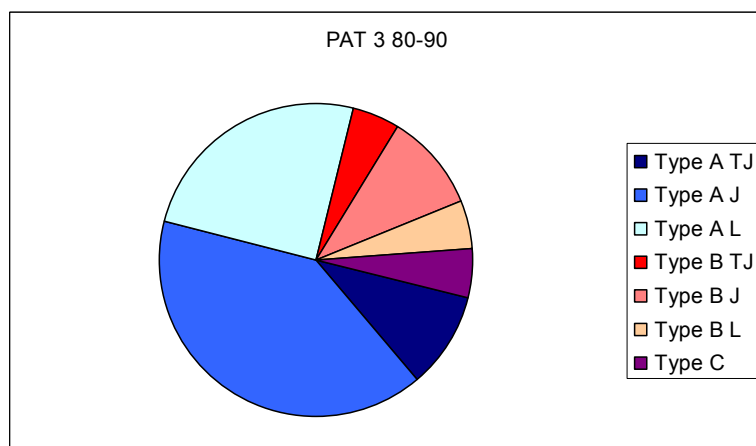
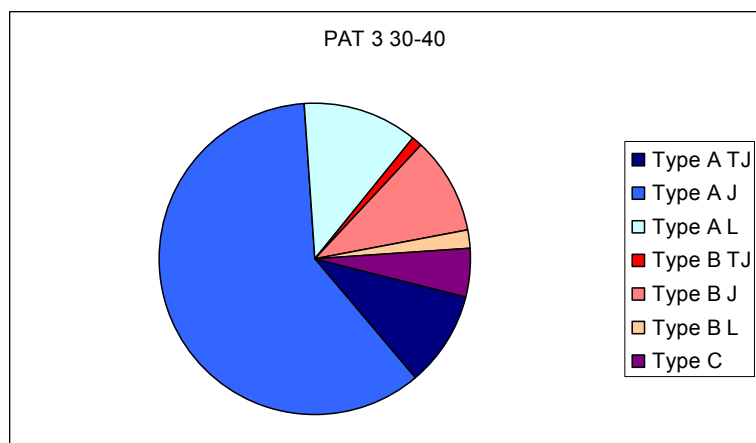
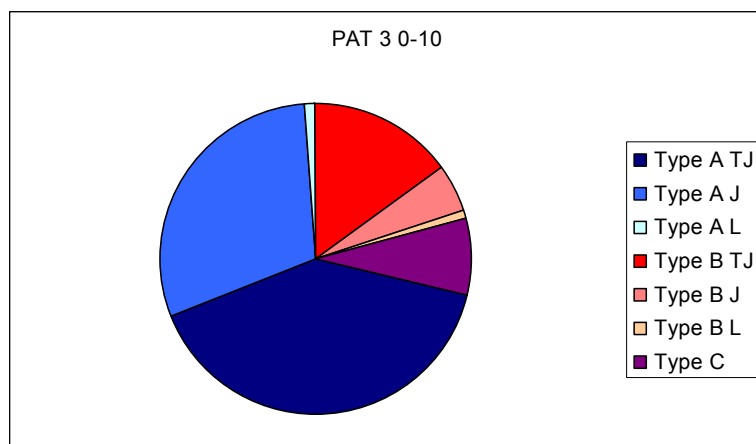
Figure V-1: (5 pages suivantes) représentation pour laquelle figurent à la fois le type de microagrégats et le mode d'assemblage pour chaque horizon étudié.











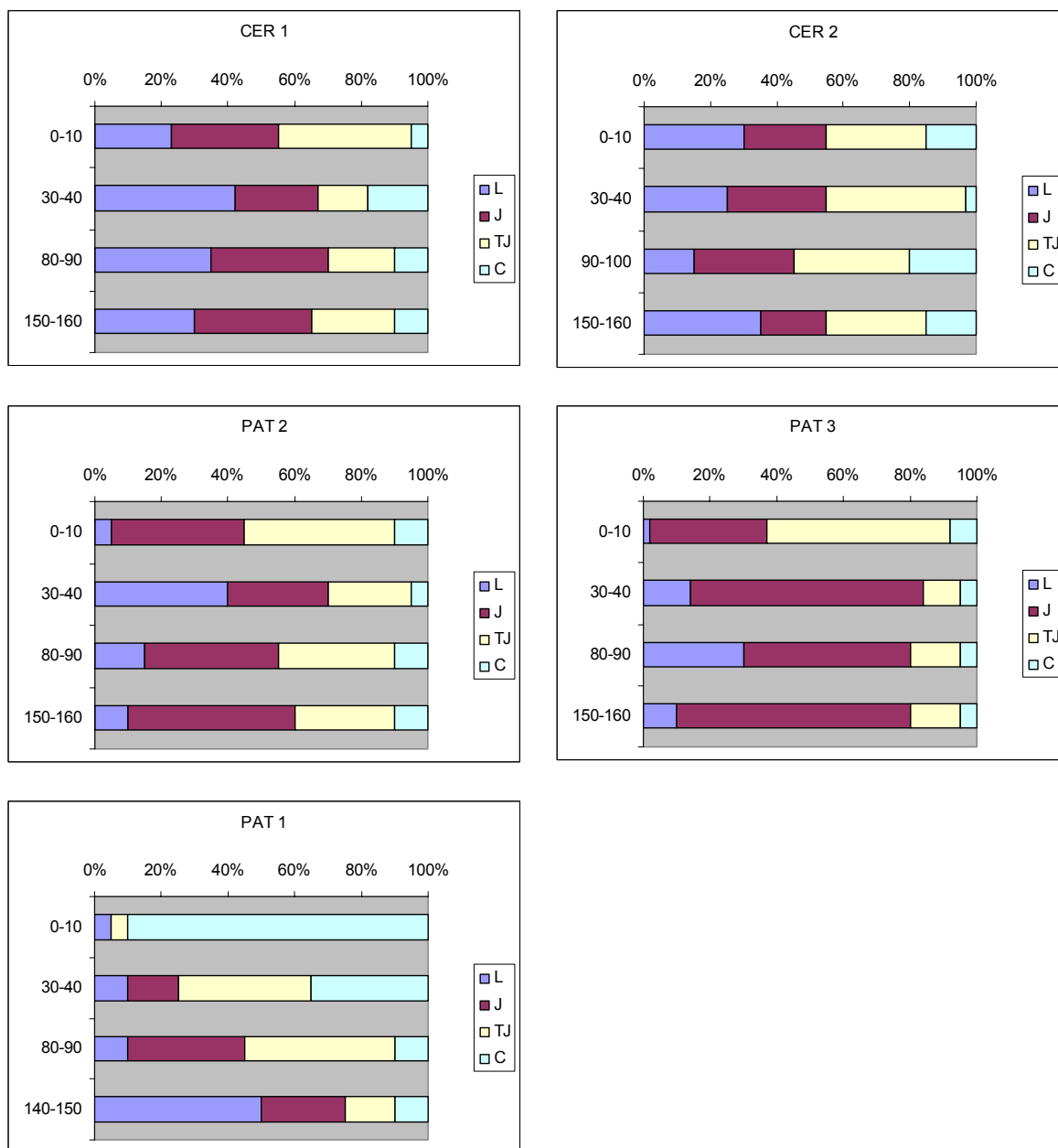


Figure V-2 : Estimation du mode d'assemblage, sans tenir compte du type de microagrégats.

Liste des figures

Chapitre I

Figure 1 : Etats et principaux biomes du Brésil.

Figure 2 : Cartes géologiques du Brésil montrant : (a) Les principales unités lithotectoniques en particulier la Province du Tocantins située entre les cratons Amazonien et São Francisco (D'el-Rey Silva et Barros Neto., 2002) ; (b) La géologie de la partie centrale de la Province du Tocantins (modifiées d'après Marini et al., 1984 et Fuck et al., 1994).

Figure 3 : Carte des principales zones climatiques du Brésil et Diagramme ombrothermique tracé à partir des données enregistrées par la station de Brasilia (sources : Bureau de météorologie (1969), données de 1931 à 1960 pour les précipitations moyennes et CODEPLAN 1976, données de 1961 à 1969 pour les températures moyennes, in Chapuis-Lardy, 1997).

Figure 4 : Représentation schématique de la végétation des Cerrados variant de la forêt dense au pâturage ouvert (modifiée d'après Spehar et Souza., 1996).

Figure 5 : Répartition des sols dans la région des Cerrados (modifiée d'après Embrapa, 1981 et Balbino et al., 2001)

Chapitre II

Figure 6 : Carte géologique de la zone d'étude et localisation de la fazenda « Rio de Janeiro » et du centre EMBRAPA-CERRADO (CPAC).

Figure 7 : Colonne stratigraphique du groupe Paranoá, selon Freitas-Silva et Campos (1998).

Figure 8 : Diagramme ombrothermique réalisé à partir des données enregistrées par la station météorologique de l'EMBRAPA-Cerrados, entre 1974 et 2000.

Figure 9 : Contexte végétal de la zone d'étude : a), b), c) Végétation native de type Cerradão ; d) Cerradão défriché il y a quelques années ; e) En premier plan, le pâturage (en haut de pente) et au fond, le Cerradão ; f), g) Pâturages de *Brachiaria brizantha*.

Figure 10 : Plan schématique des parcelles d'étude, position des 5 profils CER 1, CER 2, PAT 1, PAT 2 et PAT 3.

Figure 11 : Quelques constructions biogéniques : a) Termitière épigée dans le Cerradão ; b) Termitière arboricole dans le Cerradão ; c) Loge de termite (sous pâturage).

Figure 12 : Ferralsol localisé sous Cerradão en haut de pente (profil CER 1) : a) fosse pédologique et son environnement, b) face échantillonnée avec localisation des prélèvements pour étude en microscopie et c) face échantillonnée pour les caractéristiques globales, mesure de densité apparente et distribution de taille des agrégats.

Figure 13 : Ferralsol localisé sous Cerradão en milieu de pente (profil CER 2) : a) fosse pédologique et son environnement, b) face échantillonnée avec localisation des prélèvements pour étude en microscopie

Figure 14 : Ferralsol localisé sous pâturage semé en 1989 en bas de pente (profil PAT 1) : a) et b) fosse pédologique et son environnement et c) face échantillonnée pour les caractéristiques globales, mesure de densité apparente et distribution de taille des agrégats.

Figure 15 : Comptage des termitières et fourmilières au niveau du profil PAT 1 sur 500 m² (à gauche, en noir position du profil dans la zone considérée, ci-dessus, tableau de résultats du comptage).

Figure 16 : Ferralsol localisé sous pâturage semé avant 1992 en haut de pente (profil PAT 2) : a) fosse pédologique et son environnement, b) face échantillonnée avec localisation des prélèvements pour étude en microscopie et c) face échantillonnée pour les caractéristiques globales, mesure de densité apparente et distribution de taille des agrégats.

Figure 17 : Ferralsol localisé sous pâturage (non pâturé) semé en 2000 en bas de pente (profil PAT 3) : a) environnement du profil et b) face échantillonnée avec localisation des prélèvements pour étude en microscopie.

Chapitre III

Figure 18 : Résultats des analyses granulométriques pour les 5 profils de sol étudiés : représentation des fractions argile (< 2 µm), limon (2 à 50 µm) et sable (> 50 µm).

Figure 19 : (page précédente) Spectres de diffraction des rayons X, pour l'échantillon total PAT 2 30-40 cm, obtenus sur un diffractomètre INEL a) diagramme de poudre à température ambiante, b) diagramme de poudre d'un échantillon chauffé au préalable à 500 °C, obtenu sur le même appareil que pour a), c) diagramme de poudre obtenu au diffractomètre en capillaire, plus précis au niveau des petits angles, permettant de mettre en évidence, un léger bombement (cerclé en pointillés). Les raies principales des minéraux identifiés sont notées par les lettres Q : quartz, K : kaolinite, H : hématite, G : gibbsite, A : anatase.

Figure 20 : Diagramme de diffraction des rayons X des dépôts orientés pour 3 échantillons (0-10, 30-40 et 150-160 cm de profondeur) collectés dans les profils PAT 1 et PAT 2.

Figure 21 : Observation en microscopie électronique à transmission de l'assemblage de particules d'un microagrégat inclus dans la résine pour l'observation (profil PAT 2, 150-160 cm). Kaol : kaolinites, Oxy-hy : oxy-hydroxydes de fer et d'aluminium (Cliché C. Clinard).

Figure 22 : Particules de kaolinite observées en microscopie électronique à transmission sur dépôts orientés (les valeurs exprimées en Å représentent les distances inter-foliaires mesurées dans le domaine indiqué par des barres parallèles) : a) particules de kaolinite sur la tranche (échantillon CER 1 150-160 cm), b) particule de kaolinite à plat de forme pseudo hexagonale et particule de kaolinite sur la tranche (échantillon PAT 2 150-160 cm) (Clichés C. Clinard).

Figure 23 : Exemple de particules généralement isolées, observées en microscopie électronique à transmission : a) particules dont les feuillets bien visibles montrent une distance inter-foliaire de 12,18 Å (échantillon orienté CER 1 150-160 cm), b) particule dont les feuillets, bien visibles et légèrement plissés, ont des distances comprises entre 9,21 et 10,11 Å les uns des autres (microagrégat inclus, PAT 2 150-160 cm) (Clichés C. Clinard).

Figure 24 : Exemple de particules granulaires denses observées en microscopie électronique à transmission dans un microagrégat inclus (PAT 2 150-160 cm) : a) particules dont les feuillets très fins et peu visibles montrent des distances inter-foliaires de 4,49 et 3,01 Å, b) particules de formes plus complexes et peu stables sous le faisceau du microscope, dont les feuillets fins et peu visibles ont des distances de 4,49 et 3,53 Å les uns des autres (Clichés C. Clinard).

Figure 25 : Exemple de particules complexes observées en microscopie électronique à transmission dans un microagrégat inclu (PAT 2 150-160 cm) : a) en haut, particule de kaolinite rectangulaire sur la tranche dont la distance mesurée entre les feuillets est de 7,13 Å, en bas, particule rectangulaire hétérogène constituée au cœur par des feuillets distants de 13,38 Å et en périphérie par des feuillets distants de 6,91 Å, b) à gauche, particule de kaolinite pseudo-rectangulaire, à droite, particule

hétérogène constituée au cœur par des feuillets distants de 13,08 Å et en périphérie par des feuillets distants de moins de 7 Å (Clichés C. Clinard).

Chapitre IV

Figure 26 : Schéma synthétique du principe d'analyse d'un échantillon au Rock-Eval 6 (RE6). L'analyse consiste en une pyrolyse (1) suivie d'une oxydation (2) durant lesquelles les différents gaz émis sont détectés sous forme de signaux ou « pics » nommés S1, S2, S3, S4 et S5 et sont quantifiés (modifié d'après Disnar et al., 2003).

Figure 27 : Limites d'intégration des signaux (températures) utilisées dans le calcul des paramètres usuels de la pyrolyse RE6, en fonction des gaz émis (HC, CO ou CO₂), des détecteurs (FID ou IR) et du four (pyrolyse ou oxydation), selon le Cycle RESENTSM utilisé lors de l'analyse des échantillons de sol.

Figure 28 : Signaux S2 obtenus au Rock-Eval 6 lors de la pyrolyse des différents matériels végétaux. a) feuilles de *Brachiaria b.* ; b) racines de *Brachiaria b.* ; c) litières prélevées sous végétation native de type Cerradão ("litcera" et "litcerb") et sous pâturage semé en *Brachiaria b.* ("litpata" et "litpath").

Figure 29 : Signaux S2 obtenus au Rock-Eval 6 lors de la pyrolyse des fragments de charbons de bois prélevés à différentes profondeurs du profil de sol PAT 2. a) Analyse aux températures de pyrolyse de 200 à 650 °C, des charbons prélevés entre 30-40 cm (chp2301,02,03,04), entre 80-90 cm (chp2801 et chp2802), entre 150-160 cm (chp21501,02,03) ; b) Analyse aux températures de pyrolyse de 200 à 800 °C, des charbons prélevés entre 0-10 cm (chp20a et b) et entre 80-90 cm (chp280a).

Figure 30 : Signaux S2 obtenus au Rock-Eval 6 lors de la pyrolyse d'échantillons de termitières épigées situées à proximité du profil de sol PAT 1 (une termitière épigée construite en quelques jours, une termitière construite depuis au moins 2 ans, avec sélection d'une proportion croissante de matériel noir tapissant les parois de "a" à "c").

Figure 31 : Proportion de carbone organique total (COT) des 5 profils de sol étudiés (CER 1, CER 2, PAT 1, PAT 2 et PAT 3) en fonction de la profondeur.

Figure 32 : Signaux S2 obtenus au Rock-Eval 6 lors de la phase de pyrolyse des échantillons de sol prélevés à différentes profondeurs, pour les 5 profils de sol étudiés.

Figure 33 : Emission de CO et CO₂ détectée par des cellules infra-rouge, lors de la phase de pyrolyse, au Rock-Eval 6, pour le profil CER 1 à différentes profondeurs.

Figure 34 : Droites de corrélation a) entre la teneur en carbone organique total déterminée au Rock-Eval (COT Rock-Eval) et la teneur en carbone total déterminée au Leco CNS-2000 (C total Leco) ; b) entre la somme « teneur en carbone organique total + teneur en carbone minéral » déterminées au Rock-Eval (COT+CMIN Rock-Eval) et la teneur en carbone total déterminée au Leco CNS-2000 (C total Leco). Le point de COT élevé, en blanc, n'a pas été pris en compte dans cette corrélation.

Figure 35 : Comparaison des signaux S2 du sol total avec ceux obtenus après attaque acide à HCl (37 %) durant 30 min (1^{er} essai), durant 1 h (2^{ème} essai) de ces mêmes échantillons prélevés à différentes profondeurs dans le profil PAT 2 (protocole Annexe 4).

Figure 36 : Comparaison des signaux S2 du sol total avec ceux obtenus après ajout de dithionite de sodium à ces mêmes échantillons prélevés à 0-10 et 150-160 cm de profondeur dans les profils CER 1 et PAT 2 (protocole Annexe 4).

Figure 37 : Comparaison des signaux S2 du sol total avec ceux obtenus après extraction à la soude (NaOH 0,1N) (avec une répétition a et b), pour des échantillons prélevés à différentes profondeurs du profil PAT 2 (protocole Annexe 4).

Figure 38 : Comparaison des signaux S2 du sol total (à gauche) avec ceux obtenus après attaque à l'acide fluorhydrique suivie d'une attaque à l'acide chlorhydrique (HF+HCl) de ces mêmes échantillons prélevés à différentes profondeurs dans le profil PAT 2 (protocole Annexe 4).

Figure 39 : Déconvolution des pics S2 des échantillons de sol total du profil CER 1 prélevés à différentes profondeurs, réalisée par l'utilisation de simples courbes Voïgtiennes. Six composantes élémentaires (P1, P2, P3, P4, P5 et P6) sont nécessaires pour décrire la forme du pic S2.

Chapitre V

Figure 40 : Position des échantillons du profil CER 2, prélevés en place à l'aide de boîtes métalliques.

Figure 41 : Schéma représentant la structure observée à l'échelle du terrain, pour les 5 profils étudiés.

Figure 42 : Lames minces scannées des différents objets structuraux constituant les sols étudiés séparés à la main et par tamisage ; a) volumes denses centimétriques ; b) volumes denses de 5 mm à 1 cm ; c) volumes denses de 2 à 5 mm ; d) matrice microagrégée constituée par un ensemble lâche de microagrégats < 1 mm.

Figure 43 : microstructure du profil de sol PAT 2, entre 0 et 10 cm de profondeur ; a) aperçu de la microstructure générale de la lame mince scannée et positions des photos b, d et f (de haut en bas et de gauche à droite) ; b) zone dense dont l'assemblage est dit « en mosaïque » ; c) zoom de (b) structure en mosaïque ; d) zone dense avec des vides polyconcaves ; e) zoom de (d) vides polyconcaves ; f) zone microagrégée, mais quelques microagrégats sont accolés entre eux ; g) zoom sur une zone microagrégée.

Figure 44 : microstructure du profil de sol PAT 3, entre 30 et 40 cm de profondeur ; a) aperçu de la microstructure générale de la lame mince scannée et positions des photos b, c et d ; b), c) et d) agencement des zones denses (montrant des vides de forme étoilée), plus ou moins accolées entre elles, avec des zones microagrégées dont les microagrégats sont très jointifs les uns avec les autres.

Figure 45 : microstructure du profil de sol PAT 3, entre 80 et 90 cm de profondeur ; a) vue d'ensemble de la microstructure de la lame mince scannée montrant une section de galerie d'insecte comblée par du matériel microagrégé et localisation des photos b, d, f et g (de haut en bas et de gauche à droite) ; b) section de galerie comblée par du matériel microagrégé ; c) zoom sur une zone microagrégée ; d) section de galerie comblée, dont les parois sont constituées par des zones dense avec des vides de forme étoilée ; e) zoom d'une zone dense avec des vides de forme étoilée ; f) zones très denses du côté où la lame mince est la plus épaisse, entourées par une matrice microagrégée ; g) zoom sur une partie de la bordure de la grande section de galerie ou cavité.

Figure 46 : microstructure du profil de sol CER 1, entre 150 et 160 cm de profondeur ; a) aperçu de la microstructure générale de la lame mince scannée et positions des photos b, d, f et g (de haut en bas et de gauche à droite) ; b) zone dense avec vides de forme étoilée entourée d'une matrice microagrégée fine ; c) zoom de (b) vides de forme étoilée ; d) des zones denses non accolées entre elles noyées dans une matrice microagrégée ; e) zoom de (d) section de galerie ou de cavité comblée par du matériel microagrégé ; f) zone microagrégée ; g) zoom d'une zone microagrégée.

Figure 47 : Microstructure du profil PAT 1 observée sur les lames minces scannées et sur des photos réalisées sous binoculaire : a) et b) structure massive très fissurée entre 0 et 10 cm de profondeur ; c) et d) prédominance de zones denses dans lesquelles on observe des vides de forme étoilée, entre 30 et 40 cm de profondeur ; e) et f) nombreuses zones denses avec vides planaires et cavités remplies par du

matériel microagrégé, entre 80 et 90 cm de profondeur ; g) et h) zones denses avec vides en forme d'étoile noyées dans une matrice microagrégée.

Figure 48 : Microagrégats subarrondis à anguleux : a) et b) clichés MEB en électron retro-diffusés de lames minces de sol ; c) et d) clichés MEB en électrons secondaires de microagrégats (par Annie Richard, au CME¹) ; e) à h) clichés au microscope optique classique en lumière transmise de lames minces, avec e) et f) microagrégats de forme sub-arrondie et g) et h) microagrégats anguleux de petite taille.

Figure 49 : Les différents types d'assemblages des microagrégats sub-arrondis observés sur les lames minces de sol au microscope optique: a) et b) assemblages très serrés de microagrégats ; c) et d) assemblages lâches avec microagrégats légèrement accolés les uns aux autres ; e) et f) assemblages très lâches de microagrégats.

Figure 50 : Microagrégats de forme arrondie et les types d'assemblages observés sur des lames minces de sol au microscope optique (clichés a, b et f) et au MEB en électrons rétro-diffusés (clichés c, d et e) ; a) microagrégats légèrement accolés les uns aux autres ; b) zoom sur un microagrégat de forme ronde ; c) microagrégats accolés les uns aux autres ; d) zoom sur un microagrégat de forme presque ronde ; e) et f) assemblages très serrés de microagrégats avec "fusion" de leurs contours et formation de vides de forme étoilée.

Figure 51 : Microagrégats granulaires observés sur lames minces au microscope optique (clichés a, b, e, f) au MEB en mode électrons rétro-diffusés (cliché c) et observés directement au MEB en mode électrons secondaires : a-d) microagrégats granulaires cylindriques en 3D ou ovales à rondes en 2D en amas dans des cavités inter-agrégats ; e) et f) microagrégats granulaires ronds en amas dans des racines plus ou moins altérées.

Figure 52 : (page suivante) Eléments structuraux d'origine minérale observés sur les lames minces de sol en microscopie optique (clichés a, b, c, d et g) et en microscopie électronique (MEB en mode rétro-diffusé; clichés e, f et h): a) fragment argileux relique avec altération en bordure ; b) fragment argileux lité relique; c) oxy-hydroxyde opaque en lumière transmise ; d) même oxyde que (c) en lumière réfléchi ; e) oxy-hydroxydes sub-anguleux de teinte assez homogène ; f) oxy-hydroxyde de forme arrondie avec des dessins concentriques en son sein ; g) cristal de quartz sub-automorphe ; grain de quartz sub-anguleux amorphe.

Figure 53 : Eléments structuraux d'origine organique observés sur lames minces de sol en microscopie optique pour tous les clichés sauf pour le (d) observé sous MEB en mode rétro-diffusé : a) charbon de bois avec une texture en "rose" ; b) même charbon de bois, mais en lumière réfléchi ; c) fragment de charbon de bois montrant de belles structures cellulaires ; d) charbon de bois avec quelques structures cellulaires encore visibles ; e) fragment de charbon de bois avec une texture ligneuse, observé en lumière réfléchi, sur une section polie ; f) charbon avec de nombreuses vacuoles caractéristiques d'un dégazage lors d'un feu, observé en lumière réfléchi, sur une section polie ; g) ,h) et i) sections transversales de racines ; j) section longitudinale de racine en cours d'altération avec des granules à l'intérieur ; k) grains de pollen à collerette ; l) grains de pollen ronds à ovales avec des petits poils à leur surface.

Figure 54 : Représentation schématique de la typologie adoptée lors de cette étude, avec en colonne les différents types de microagrégats et en ligne les types d'assemblage.

Figure 55 : Proportions des types de microagrégats dans chaque profil de sol, indépendamment de leur mode d'assemblage.

¹ CME : Centre de Microscopie Electronique, Orléans.

Figure 56: Path followed by the microaggregates during the dehydration in the chamber of the environmental scanning electron microscope. The letters correspond to the hydration states at which images were taken.

Figure 56 : *Trajet suivi par les microagrégats durant la déshydratation dans la chambre du microscope électronique à balayage environnemental. Les lettres correspondent à l'état d'hydratation auquel les images ont été prises.*

Figure 57: Dried microaggregates in scanning electron microscopy: a and b, back-scattered electron scanning electron images at an acceleration voltage of 15 kV (the black areas are voids occupied by resin, the light grey areas are quartz grains and the heterogeneous dark grey areas correspond to clay particles), c, d, e and f, secondary electron scanning images at an acceleration voltage of 2 kV (c, d and e) and 15 kV (f).

Figure 57 : *Microagrégats secs observés au microscope électronique à balayage : a et b, images en mode électrons rétrodiffusés à une tension d'accélération de 15 kV (les zones noires représentent les vides occupés par la résine, les plages gris clair correspondent aux grains de quartz et les domaines gris foncés hétérogènes correspondent à la phase argileuse), c, d, e et f, images en mode électrons secondaires à une tension d'accélération de 2 kV (c,d et e) et 15 kV (f).*

Figure 58 : Drying of microaggregates in environmental scanning electron microscopy: a and b, partially submerged microaggregates at 10 and 7.2 Torr, respectively, and 2°C; c, d and e, drying microaggregates at 5.1 Torr and 2°C; f, dried microaggregates at 3 Torr and 2°C (M: meniscus, W: film of water).

Figure 58 : *Déshydratation de microagrégats observée à l'aide d'un microscope électronique à balayage environnemental : a et b, microagrégats partiellement submergés à 10 et 7,2 Torr respectivement et 2 °C ; c, d et e, déshydratation des microagrégats à 5,1 Torr et 2 °C ; f, microagrégats secs à 3 Torr et 2 °C (M : ménisque, W : film d'eau).*

Figure 59: Backscattered electron scanning images of the microaggregates arrangement in undisturbed samples : (a) loose packing at 1.5–1.6 m depth under native vegetation in NV2; (b) agglomerated microaggregates with multiconcave voids at 0.3–0.4 m under pasture in PA2; (c) microaggregates in both arrangements at 1.5–1.6 m under native vegetation in NV2; (d) microaggregates in both arrangements at 0.3–0.4 m under pasture in PA3. The black areas are voids occupied by resin, the light gray areas are quartz or oxides grains and the gray areas correspond to the porous clayey phase (scale bar: 2 mm).

Figure 60: Backscattered electron scanning images of the different soil material fractions: (a) the >19.1mm class; (b) the 4.76 to 19.1 mm class; (c and d) the 2 to 4.76mm class; (e and f) the 0.84 to 2 mm class; (g) the 0.25 to 0.84 mm class; (h) the <0.25mm class. The black areas are voids occupied by resin, the light gray areas are quartz or oxides grains and the gray areas correspond to clay particles (scale bar: 500 µm).

Figure 61: Aggregate size distribution recorded for the soil sampling: a and b, soil under native vegetation (NV1 and NV2 respectively); c, soil under the 13 year-old pasture (PA1); d, soil under the 10 year-old pasture (PA2); e, soil under the 2 year-old pasture (PA3).

Figure 62: The mass proportion of soil in arrangement L (Φ_L) as a function of the inverse of bulk density ($1/D_b$) for the soils studied as a whole. The solid line is the linear regression of Φ_L against $1/D_b$.

Discussion-Conclusion

Figure 63 : Types d'assemblage des boulettes termitiques (muraille de la termitière de *Sphaeroterme*) selon Eschenbrenner (1986).

Figure 64 : Modèle proposé pour l'évolution du paysage durant un cycle théorique fonctionnant depuis le Crétacé supérieur, selon Schaefer (2001).

Figure 65 : Comparaison de la courbe des TpS2 en fonction de la température avec la courbe des macro-agrégats (fraction > 0.84 mm) en fonction de la profondeur pour le profil CER 1.

Annexes

Figure I-1 : Les différents castes des termites

Figure I-2: Exemples de morphologies de nids de termites d'après Hasiotis (2003).

Figure I-3 : Un turricule de vers de terre (image de 3 cm de haut).

Figure I-4 : Les différents habitants de la fourmilière (en bas de l'image en grandeur réelle).

Figure I-5 : Exemples de morphologies de nids de fourmis d'après Hasiotis (2003).

Figure II-1: Données détaillées sur les précipitations de la zone d'étude pour les années 1999 à 2002 (dont les 2 mois de prélèvement des échantillons). Mesures effectuées par Didier Brunet (I.R.D.)

Figure III-1 : Matériel utilisé pour l'analyse granulométrique, a) éprouvette de 1L; b) pipette de Robinson ; c) les coupelles sont mises à l'étuve; d) la fraction sable est récupérée par tamisage.

Figure IV-1 : Classification des palynofaciès.

Figure IV-2 : Résultats des comptages pour chaque profils de sol.

Figure IV-3 : Courbes de CO et CO₂ obtenues au Rock-Eval 6 lors de la pyrolyse.

Figure IV-4 : Proportion de carbone organique soluble dans l'eau, dans l'acide nitrique et dans la soude, pour 4 horizons du profil PAT 2.

Figure IV-5 : Déconvolution des pics S2 a) et b) des mélanges A et B de matrice minérale avec de la litière de pâturage ; c) d'un échantillon de sol prélevé dans le profil PAT 2 entre 150-160 cm ; d) et e) des échantillons le litière du pâturage de *Brachiaria brizantha*.

Figure V-1 : représentation pour laquelle figurent à la fois le type de microagrégats et le mode d'assemblage pour chaque horizon étudié.

Figure V-2 : Estimation du mode d'assemblage, sans tenir compte du type de microagrégats.

Liste des tableaux

Chapitre I

Tableau 1 : Les sols des Cerrados (Adámoli et al., 1985, in Spehar et al., 1996)

Chapitre II

Tableau 2 : Proportions relatives des densités de termites rencontrés selon leur régime alimentaire (Bobillier B. 1999).

Tableau 3 : Description du profil CER 1

Tableau 4 : Description du profil CER 2

Tableau 5 : Description du profil PAT 1.

Tableau 6 : Description du profil PAT 2.

Tableau 7 : Description du profil PAT 3.

Chapitre III

Tableau 8 : Composition granulométrique (moyennes et écart-type (ET)) pour les 5 profils de sol étudiés (en %). Les résultats détaillés sont présents en annexe 3.

Tableau 9 : Capacité d'échange cationique et cations échangeables des 5 profils de sol étudiés pour 4 profondeurs données. CEC_{argile} calculée en rapportant la CEC à la teneur en fraction $< 2\mu m$ de l'échantillon.

Chapitre IV

Tableau 10 : Résultats de l'analyse par pyrolyse Rock-Eval 6 et par combustion Leco des échantillons de végétation et de litières du Cerradão et du pâturage semé en *Brachiaria b.*

Tableau 11 : Résultats de la pyrolyse Rock-Eval 6 des échantillons de charbons de bois prélevés dans le profil PAT 2 à différentes profondeurs.

Tableau 12 : Résultats de la pyrolyse Rock-Eval 6 et de la combustion Leco des échantillons de 2 termitières prélevées à proximité du profil PAT 1 (une termitière formée en quelques jours et une termitière construite depuis au moins 2 ans).

Tableau 13 : Résultats de la pyrolyse Rock-Eval 6 et de la combustion Leco des échantillons de sols prélevés entre 0-10, 10-20, 20-30, 30-40, 40-50, 90-100 et 150-160 cm de profondeur dans les 5 profils étudiés.

Tableau 14 : Teneurs en sucres (en mg/g d'échantillon) de deux échantillons de sol prélevés à 10-20 cm de profondeur pour les profils CER 2 et PAT 1 et d'un échantillon de termitière épigée > 2 ans située à proximité du profil PAT 1. Données complémentaires provenant d'une étude antérieure sur les sucres des feuilles, litière et racines de la graminée *Brachiaria b.* prélevée sur le même site d'étude (Bodineau et al. 2002).

Tableau 15 : Résultats de la pyrolyse Rock-Eval 6 et de la combustion Leco des échantillons de sol du profil PAT 2, prélevés entre 0-10, 30-40, 80-90 et 150-160 cm après attaque à l'HCl.

Tableau 16 : Résultats de la pyrolyse Rock-Eval 6 des échantillons de sol des profils CER 1 et PAT 2, prélevés entre 0-10 et 150-160 cm après ajout de dithionite de Na.

Tableau 17 : Résultats de la pyrolyse Rock-Eval 6 des échantillons de sol du profil PAT 2 prélevés entre 0-10, 30-40, 80-90 et 150-160 cm après ajout de NaOH.

Tableau 18 : Résultats de la pyrolyse Rock-Eval 6 des échantillons de sol des profils PAT 2 prélevés entre 0-10, 30-40, 80-90 et 150-160 cm après attaque à l'HCl et HF.

Chapitre V

Table 19. Physical and chemical characteristics of soils studied: bulk density (D_b) in g cm^{-3} ; particle size distribution and total organic carbon (TOC) in g kg^{-1} ; pH in water (pH_w), cation exchange capacity (CEC) and exchangeable cations (Al^{3+} , K^+ , Ca^{2+} , Mg^{2+}) in $\text{cmol}_c \text{ kg}^{-1}$.

Tableau 19 : Caractéristiques physiques et chimiques des sols étudiés : densité apparente (D_b) en g cm^{-3} ; composition granulométrique et teneur en carbone organique total (TOC) en g kg^{-1} ; pH dans l'eau (pH_w) ; capacité d'échange cationique (CEC) et cations échangeables (Al^{3+} , K^+ , Ca^{2+} , Mg^{2+}) en $\text{cmol}_c \text{ kg}^{-1}$.

Table 20. Shrinkage estimation at the time of desiccation of seven microaggregates and ESEM parameters.

Tableau 20. Estimation du retrait lors de la dessiccation de sept microagrégats et paramètres du microscope électronique à balayage environnemental.

Table 21. Soil physical properties.

Annexes

Tableau II-1 : Liste provisoire et non exhaustive des espèces les plus communes du « Cerradão » de la zone d'étude, réalisée par D. Midja (I.R.D) le 27 janvier 2004.

Tableau III-1 : Résultats de la granulométrie par sédimentation et pipette de Robinson. (Les moyennes pour chaque profil sont notées A : fraction argile $< 2 \mu\text{m}$; L : fraction limon entre 2 et $50 \mu\text{m}$; S : fraction sable $> 50 \mu\text{m}$ et la teneur en eau W).

Tableau III-2 : Résultats de la spectrométrie plasma ICP.

Tableau IV-1 : Résultats obtenus au Rock-Eval 6 avec une programmation différente pour les profils de sols CER 1 et PAT 2.

Tableau IV-2 : Résultats complets des analyses effectuées au LECO pour les 5 profils de sol.

Tableau VI-3 : Analyse du carbone organique par la méthode Walkley et Black (1934) réalisée au laboratoire de l'EMBRAPA CPAC (Brésil) par Maria Inês Lopes de Oliveira.

Tableau IV-4 : Extraction séquentielle du carbone organique (dans 10 ml de réactif pour 500 mg d'échantillon de sol séché à l'air et broyé à $250 \mu\text{m}$) analysé au Leco et à l'analyseur de carbone organique (Shimadzu, TOC-5000 A).

Tableau IV-5 : Résultats de la pyrolyse Rock-Eval 6 des échantillons de sol prélevés dans le profil PAT 2 entre 150-160 cm, des échantillons le litière du pâturage et des mélanges de matrice minérale avec de la litière de pâturage.

Tableau V-1 : Estimation des proportions (en %) des différents types d'assemblage (Très Jointif, Jointif, Lâche, Compact) en fonction du type de microagrégats (A ou B) par observation microscopique.

Résumés

Nature et mode d'assemblage des constituants minéraux et organiques dans des Ferralsols de la région des Cerrados (Brésil). Evolution après mise en culture.

Résumé :

Les Ferralsols se caractérisent par une microstructure très développée dont dépend étroitement leur fertilité. Cette microstructure repose sur des microagrégats très stables, de 50 à 800 µm de diamètre. Sous végétation naturelle comme sous pâturage, la densité apparente des sols, la taille et le mode d'assemblage des microagrégats, ainsi que la caractérisation de la matière organique, ont permis de mettre en évidence d'importantes variations avec la profondeur. Nous avons établi une typologie du mode d'assemblage des microagrégats ainsi qu'un modèle mettant en relation structure et porosité. La matière organique se singularise, en pyrolyse, par une composante de haute température, d'origine conjecturale, mais très probablement due à un effet de matrice minérale. L'ensemble des variations observées ne peuvent *a priori* s'expliquer par des différences d'usage du sol, mais plutôt grâce à l'activité des insectes sociaux qui sont vraisemblablement à l'origine des microagrégats.

Mots-clés : Ferralsols, Cerrados, microagrégats, matière organique, pâturage, pyrolyse Rock-Eval, structure, porosité.

Nature and assemblage of the mineral and organic components in Ferralsols of the Cerrados region (Brazil). Evolution after land clearing.

Abstract:

Ferralsols are characterized by a very well developed microstructure of which the fertility depends closely. This microstructure consists of highly stable microaggregates 50 to 800 µm in diameter. Under native vegetation and pasture, the analysis of the soil bulk density, the microaggregates size and assemblage, as well as the organic matter, highlight significant variations according to depth. We established a typology of microaggregate assemblage as well as a model relating structure development to porosity. The organic matter is characterized in pyrolysis by a component of high temperature, of conjectural origin probably due to a mineral matrix effect. The whole of the differences recorded between the soils studied cannot be explained *a priori* by soil use alone, but more probably by a difference of activity of the social insects which would be at the origin of the microaggregates.

Key-words : Ferralsols, Cerrados, pasture, microaggregates, organic matter, Rock-Eval pyrolysis, structure, porosity.

Natureza e organização dos constituintes minerais e orgânicos de Latossolos da Região do Cerrado (Brasil). Evolução sob pastagens.

Resumo :

Os Latossolos são caracterizados pela microestrutura muito desenvolvida que regula sua fertilidade. Esta microestrutura está definida por microagregados muito estáveis com diâmetro de 50 a 800 micras. Importantes variações em função da profundidade foram observadas tanto sob vegetação nativa como sob pastagens em relação aos parâmetros estudados: densidade do solo, tamanho e o modo de organização dos microagregados e caracterização da matéria orgânica. Foi estabelecida uma tipologia do modo de organização dos microagregados e um modelo relacionando estrutura e porosidade. A matéria orgânica se singulariza, pela pirólise, pelo componente observado a alta temperatura, atualmente interpretado como um efeito da matriz mineral. Os parâmetros estudados nos dois sistemas (Cerrado e pastagens) não explicaram *a priori* a microagregação do solo, mas a atividade de insetos sociais pode estar controlando essa microestrutura.

Palavras-chave : Ferralsols, Cerrados, microagregados, matéria orgânica, pastagens, pirólise Rock-Eval, estrutura, porosidade.